Untersuchung zur Reduzierung der Wirbelstromverluste in metallischen Gläsern

Der Technischen Fakultät
der Universität Erlangen-Nürnberg
zur Erlangung des Grades
DOKTOR - INGENIEUR

vorgelegt von
Wilhelm Grimm

Erlangen 1986

1986 № 198

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41538126_0015

Untersuchung zur Reduzierung der Wirbelstromverluste in metallischen Gläsern

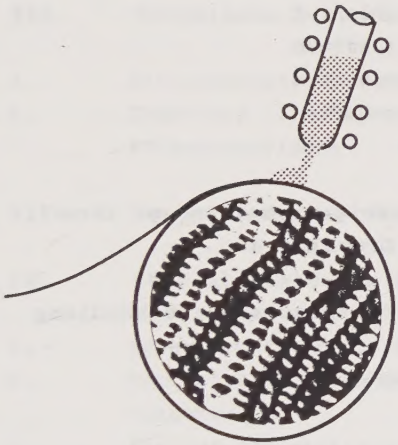
Der Technischen Fakultät
der Universität Erlangen-Nürnberg
zur Erlangung des Grades
Doktor - Ingenieur

vorgelegt von
Wilhelm Grimm

Erlangen 1986

Als Dissertation genehmigt von der
Technischen Fakultät der
Universität Erlangen - Nürnberg

Tag der Einreichung:	3.2.1986
Tag der Promotion:	13.3.1986
Dekan:	Prof. Dr. H. Brand
Berichterstatter:	Prof. Dr. A. Hubert
	Prof. Dr. H. Mughrabi



Inhaltsverzeichnis

I.	**Übersicht**	1
II.	**Grundeigenschaften der metallischen Gläser**	7
A.	Struktur der metallischen Gläser	7
B.	Historische Entwicklung	9
C.	Mechanische Eigenschaften	11
D.	Elektrische Eigenschaften	12
E.	Magnetische Eigenschaften	13
F.	Anwendungsgebiete	19
III.	**Technische Magneteigenschaften und ihre mikroskopischen Grundlagen**	21
IV.	**Herstellung und thermische Nachbehandlung**	28
A.	Schmelzspinnverfahren	28
B.	Temperverfahren	34
V.	**Meßtechnik**	38
A.	Domänenbeobachtung und Messung der Oberflächenpermeabilität	38
B.	Messung der Volumenpermeabilität	40
C.	Anisotropiemeßgerät	41
D.	Bestimmung der statischen Hystereseschleife	43
E.	Messung der Ummagnetisierungsverluste	44
VI.	**Auswirkung verschiedener Herstellungsbedingungen auf den Habitus und auf die magnetischen Eigenschaften der Bänder im abgeschreckten Zustand**	47

A. Untersuchung des Spritzvorganges 47
B. Abschrecken von Bändern auf Scheiben mit verschieden präparierten Oberflächen 51
C. Herstellung von ebenen Bändern 54
D. Einfluß verschiedener Gasatmosphären auf die Oberflächenbeschaffenheit 55
E. Auswirkung der Herstellung auf die magnetischen Eigenschaften 57

VII. Thermische Nachbehandlung 59

A. Entspannungstemperung 59
B. Temperung im Magnetfeld senkrecht zur Probenoberfläche 66

VIII. Optimierung der Ummagnetisierungsverluste 70

IX. Charakterisierung der Proben 76

A. Verhalten der Hystereseschleife 76
B. Reversibles Verhalten der Magnetisierungskurven 79
C. Einfluß der statischen Hystereseverluste-Bestimmung der Anomaliefaktoren 84
D. Domänenstruktur metallischer Gläser nach der Temperung im Magnetfeld senkrecht zur Bandoberfläche 87
E. Magnetooptische Untersuchung der Homogenität der Anisotropie 96

X. Vergleich der Temperung im senkrechten Magnetfeld mit anderen Methoden der Verlustreduzierung 103

A. Kristallisationstemperung 103
B. Feldtemperung im Magnetfeld quer zum Band 105

C. Vergleich der Feldtemperung im senkrechten Magnetfeld mit der Kristallisationstemperung und der Temperung im Querfeld 106
D. Ursachen der erhöhten Verluste 107
E. Vergleich mit Ergebnissen anderer Autoren 110

XI. Zusammenfassung und Ausblick 115

A. Herstellung 116
B. Spannungsrelaxation 117
C. Optimierung der Verluste - Untersuchung der Feldtemperung 117
D. Überlegung zur technischen Anwendung der untersuchten Magnetfeldtemperung 121

XII. Literaturverzeichnis

I. Übersicht

Die metallischen Gläser werden heute hauptsächlich nach der als "Schmelzspinnverfahren" bekannt gewordenen Technologie hergestellt. Bei diesem Verfahren wird die Schmelze auf die Oberfläche einer mit hoher Drehzahl rotierenden Kupferscheibe aufgespritzt und dabei so schnell abgeschreckt, daß sie glasartig erstarrt. Der wesentliche Vorteil dieses Verfahrens besteht hauptsächlich darin, daß das metallische Glas nicht in einzelnen Flecken, sondern als ein kontinuierliches Band erstarrt /1/.

Neben interessanten mechanischen Eigenschaften und einer guten Resistenz gegen Korrosion, zeichnen sich die metallischen Gläser auf Eisen- bzw. Kobaltbasis vor allem durch sehr gute weichmagnetische Eigenschaften aus, die teilweise die Werte kristalliner Nickeleisen-Legierungen übertreffen. Im Gegensatz zu letzteren Werkstoffen, die auch mechanisch sehr weich und dadurch diffizil zu handhaben sind, besitzen die metallischen Gläser eine große mechanische Härte und Festigkeit. Darüberhinaus ist ihre Herstellung potentiell billiger, da die Bänder direkt aus der Schmelze gezogen werden und somit die teuren Walzprozesse nicht mehr benötigt werden.

Typische Materialkenngrößen sind z. B.:

maximale Sättigungsmagnetisierung:	1,65 T
niedrige Koerzitivfeldstärke:	1-10 A/m
Magnetostriktionsfreie Legierungen möglich	
kleine, einstellbare Anisotropie	
hohe Permeabilität	
niedrige Verluste	
große mechanische Härte:	600-1200 Vickers
große Zugfestigkeit:	2000-3000 N/mm^2
großer E-Modul:	160 kN/mm
für ein Metall hoher elektr. Widerstand:	100-200 $\mu\Omega$ cm

Die guten weichmagnetischen Daten der metallischen Gläser werden allerdings nicht im Herstellungszustand erreicht, da sie noch unter starken inneren und äußeren Spannungen stehen. Während erstere schon im Herstellungsprozess durch das rasche Abschrecken eingefroren wurden, entstehen letztere beim Weiterverarbeiten, z. B. beim Wickeln der Bänder zu Ringkernen. Da die meisten amorphen Metalle eine Magnetostriktionskonstante von der gleichen Größenordnung wie kristalline Legierungen aufweisen, äußern sich diese Spannungen magnetisch ungünstig als spannungsinduzierte Anisotropien. Ein Relaxieren der Spannungen durch eine Entspannungstemperung ($T < T_{Kristall}$)beseitigt zwar diese Anisotropie; leider zeigen die so behandelten Bänder dann nur wenige und dadurch weite Domänen, die in Bandlängsrichtung orientiert sind. Bei einer Magnetisierung im Wechselfeld ergeben sich somit hohe anomale Wirbelstromverluste und eine geringe Anfangspermeabilität.

Ähnlich wie bei kornorientierten Transformatorenblechen ist es auch bei den metallischen Gläsern prinzipiell möglich, durch eine Verfeinerung der Längsdomänen das dynamische Verhalten zu optimieren. Nach Pry und Bean /2/ werden die Wirbelstromverluste dann minimal, wenn die Domänenweite klein gegen die Banddicke wird.

Ein anderer Weg, das dynamische Verhalten entscheidend zu verbessern, stellt die Möglichkeit dar, die metallischen Gläser über Drehprozesse zu magnetisieren, da infolge der von Natur aus kleinen Anisotropien schon eine geringe induzierte einachsige Anisotropie ausreicht, um die erforderlichen Domänen mit Magnetisierungsrichtung senkrecht zur Bandlängsachse einzustellen. Nachdem Luborsky und andere Autoren /3,4/ die Verlustverminderung durch eine magnetfeldinduzierte Anisotropie quer zum Band gezeigt hatten, untersuchten wir zur Optimierung der dynamischen Eigenschaften den Einfluß einer Magnetfeldtemperung mit Feldrichtung senkrecht zur Oberfläche. Durch diese Temperung erhofften wir eine

senkrecht gerichtete Anisotropie einzustellen und somit eine einfache, streifenförmige Domänenstruktur zu induzieren.

Die Technologie der metallischen Gläser wurde im Verlauf der Arbeit von der Herstellung bis zur Optimierung der Verluste untersucht. Obwohl man viele Prozeßschritte nur im Labormaßstab durchführen konnte, (z. B. führten wir die Glühungen an einzelnen geraden Streifen durch, um Einflüsse aus dem Stapeln oder Wickeln der Bänder auszuschließen) wurden auch Gesichtspunkte für die industrielle Fertigung berücksichtigt.

Es ergeben sich somit die folgenden Schwerpunkte:

a. Herstellung

Eine eigene Fertigung der metallischen Gläser ist schon allein deswegen wichtig, da bei den industriell hergestellten Bändern die Herstellungsparameter nicht bekannt gegeben werden, und so eine Auswirkung dieser Parameter auf das magnetische Verhalten, auch nach weiteren Technologieschritten (Temperung) nicht verstanden werden kann. Daneben weisen kommerzielle Bänder oft eine durch apparative Einflüsse beschädigte (verkratzte) Oberfläche auf, so daß eine direkte Beobachtung der Domänen mit dem Kerreffekt unmöglich wird.

b. Entspannungstemperung

An Hand dieser Experimente untersuchten wir die Fähigkeit, innere als auch äußere Spannungen durch eine Anlaßbehandlung abzubauen. Als Maß für die Relaxation der inneren Spannungen verwendeten wir den Abbau der Anisotropieenergieterme mit einer von der Bandlängsachse abweichenden Richtung (s.u.). Um den Abbau äußerer Spannungen zu simulieren, temperten wir Proben, die zu Ringen gewickelt worden waren. Aus dem Auffe-

dern der Ringe nach dem Tempern bestimmten wir dann den Grad der Relaxation.

c. Magnetfeldtemperung im Feld senkrecht zur Bandoberfläche

Diese Temperung wurde in einem Ofen durchgeführt, der zwischen den Polschuhen eines Elektromagenten angebracht war. Zur Optimierung der Ummagnetisierungsverluste temperten wir eine Reihe von Proben aus dem Eisen-Nickel- und dem Eisen-Kobalt-Legierungssystem. Um die niedrigsten Verluste zu ermitteln, variierten wir neben der Zusammensetzung auch die Tempertemperatur.

d. Verwendete Untersuchungsverfahren

Um sowohl die frisch hergestellten Bänder charakterisieren zu können als auch die Wirkungen der einzelnen Temperungen zu kontrollieren, bestimmten wir neben dem Aufzeichnen der Hystereseschleife und dem Messen der Ummagnetisierungsverluste auch die Permeabilität und die von der Magnetisierungsrichtung (= Längsrichtung des Bandes) abweichende Anisotropieenergie. Die Permeabilitätsmessung führten wir mit einer Induktionsmeßbrücke durch.

Die Anisotropieenergie wurde entweder durch Ausplanimetrieren der Fläche über der Kommutierungskurve oder automatisch mit einem selbst entworfenen und aufgebauten Anisotropiemeßgerät ermittelt.

Unterstützt wurden die Aussagen dieser Messungen durch die optische Domänenbeobachtung mit Hilfe des Kerreffekts. Erst die Verbindung der beiden Untersuchungsmethoden ermöglichte es, die Magnetisierungsprozesse genau zu verstehen.

Weiterhin wurden die optimierten Proben durch optische Mes-

sungen der Permeabilitätsverteilung an Vorder- und Rückseite charakterisiert und die Ursachen der noch verbliebenen Anomalie untersucht.

d. Vergleich der von uns verwendeten Magnetfeldtemperung mit anderen aus der Literatur bekannten Optimierungsverfahren

Um den Erfolg der senkrechten Magnetfeldtemperung einordnen zu können, wurden noch zwei Temperverfahren angewendet, die auch zu einer Anisotropie quer zur Probenlängsachse führen. Auch diese Experimente wurden zum besseren Vergleich an einzelnen geraden Streifen durchgeführt. Verwendet wurden dabei die von Luborsky genannte Temperung quer zum Band, sowie eine Anlaßglühung knapp unterhalb der Kristallisationstemperatur. Die letztgenannte Temperung /5, 6/ bewirkt eine dünne kristalline Oberflächenschicht, die das noch amorphe Probenvolumen unter eine planare Druckspannung setzt. Bei den metallischen Gläsern mit einer positiven Magnetostriktionskonstanten bewirkt diese Spannung eine Anisotropie senkrecht zur Probenoberfläche.

Zusammenfassung der wichtigsten Ergebnisse

Durch die Temperung im Magnetfeld senkrecht zur Probenoberfläche gelang es, bei einer optimierten Temperung die Ummagnetisierungsverluste bis auf 0,03 W/kg (bei 2 kHz und 0,2 T) zu verringern.

Stellt man diesen Wert der Summe aus Hystereseverlust und dem nach dem klassischen Modell errechneten Verlust gegenüber, so findet man im Rahmen der Meßgenauigkeit keine Anomalie mehr.

Eine interessante Beobachtung machten wir beim Studieren der

Domänen an Proben mit unterschiedlicher Magnetostriktionskonstanten: während wir bei den Proben mit positiver Magnetostriktionskonstanten immer Querdomänen sahen, weisen die magnetostriktionsfreien Bänder immer Längsstreifen auf.

Vergleiche mit Proben, die bis zur Oberflächenkristallisation getempert wurden und mit Proben, die im Magnetfeld quer zum Band getempert wurden, zeigen, daß die Magnetfeldtemperung senkrecht zur Bandoberfläche die niedrigsten Verluste ergeben. Für die erhöhten Verluste der Vergleichstemperungen konnten verschiedene Hinweise gefunden werden. Im Fall der Oberflächenkristallisation scheint diese kristalline Schicht die Bewegung der Domänen zu hindern. Nach der Quertemperung beobachteten wir eine Aufspaltung der Domänen beim Magnetisieren der Probe. Die damit verbundene inhomogene Magnetisierung bewirkt wieder einen erhöhten Verlust.

II. Grundeigenschaften der metallischen Gläser

A. Struktur der metallischen Gläser

Technologisch sind zwei Legierungsgruppen metallischer Gläser interessant:

i. Übergangsmetall-Metalloid-Gruppe
(TM - M Legierungen)

ii. Seltene Erden-Übergangsmetall-Gruppe
(RE -TM Legierungen)

Für die weichmagnetischen metallischen Gläser ist dabei die erste Legierungsgruppe von Bedeutung.

Ein einfaches, aber gutes Modell zum Beschreiben der Struktur der metallischen Gläser stellt das Kugelmodell dar (Abb. 1).

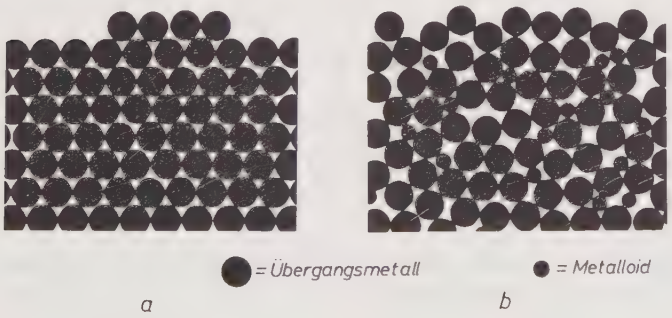


Abb. 1: Kugelmodelle
a) Kristall b) metallisches Glas

Die größeren Übergangsmetallatome bilden hier eine unregelmäßige, dichtgepackte Kugelpackung, während die kleineren und weicheren Metalloidatome die Lücken füllen, und so den Glaszustand stabilisieren. Aus der Größenverteilung der Lücken kann man plausibel machen, daß Legierungen mit 15 - 25 Atomprozent Metalloide die stabilsten metallischen Gläser bilden. /7/

Charakteristisch an diesen Legierungen ist auch das Phasendiagramm, das einen tiefen eutektischen Punkt in diesem Zusammensetzungsbereich zeigt (Abb. 2).

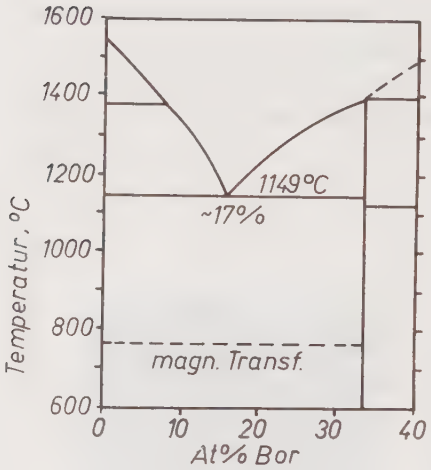


Abb. 2:
Phasendiagramm des Eisen-Bor Legierungssystems /8/

Die heute am meisten erforschten Legierungen lassen sich auf folgende Formel bringen:

$$^{TM}_{75-83}\,^{M}_{25-17}$$

Als Übergangsmetalle (TM) sind für weichmagnetische metallische Gläser vor allem Fe, Co und Ni interessant, als Metalloide eignen sich P, C, Si, B, Ge.

B. Historische Entwicklung der metallischen Gläser

Im Jahre 1965 entdeckten Mader und Nowick /9/ den Ferromagnetismus an aufgedampften, amorphen Kobalt-Gold-Schichten. Die ersten aus der Schmelze abgeschreckten ferromagnetischen metallischen Gläser wurden dann 1967 von Duwez und Lin /10, 11/ dadurch gewonnen, daß sie Schmelztropfen der niedrigschmelzenden Dreistofflegierung $Fe_{83}P_{10}C_7$ zwischen einem Amboß und einem Hammer zerquetschten. Sie erhielten so Plättchen von ca. 10 mm Durchmesser und 0,05 mm Dicke. Diese Plättchen sind jedoch in der Praxis wenig brauchbar. In den folgenden Jahren wurden deshalb verschiedene Methoden entwickelt, die es ermöglichten, die metallischen Gläser als kontinuierliche Bänder herzustellen /12, 13/. Allen diesen Verfahren ist gemeinsam, daß die Schmelze als Flüssigkeitsstrahl gegen eine rotierende Metallscheibe gespritzt wird und dort als kontinuierliches Band erstarrt. Die meisten metallischen Gläser werden heute nach dem sogenannten Schmelzspinnverfahren hergestellt. Schon 1908 ließen sich Strange und Pim eine solche Methode zur Herstellung kristalliner Zinnbänder (Lametta) patentieren /14/. Das Patent beschreibt bereits alle wesentlichen Merkmale der heute zur Herstellung metallischer Gläser benützten Technologie. (Abb. 3)

Nachdem wahrscheinlich Bedell /15/ das Strange- und Pim'sche Verfahren zu der Herstellung metallischer Gläser mit Erfolg zuerst verwendet hatte, erfuhr es dank der Einfachheit eine rasche Weiterentwicklung in den Forschungslaboratorien der Universitäten und in der Industrie. Heute ist dieses Verfahren bereits so entwickelt, daß man Bänder bis zu 300 mm Breite herstellen kann. Bei Dauerbetrieb würde so eine Anlage bei einer Ziehgeschwindigkeit von 30 m/s in einer einzigen Stunde ca. eine Tonne Band von 30 cm Breite und 0,04 mm Dicke produzieren.

E. H. STRANGE & C. A. PIM.

PROCESS OF MANUFACTURING THIN SHEETS, FOIL, STRIPS, OR RIBBONS OF ZINC, LEAD, OR OTHER METAL OR ALLOY.

APPLICATION FILED MAR. 14, 1908.

905,758. Patented Dec. 1, 1908.

Fig. 1.

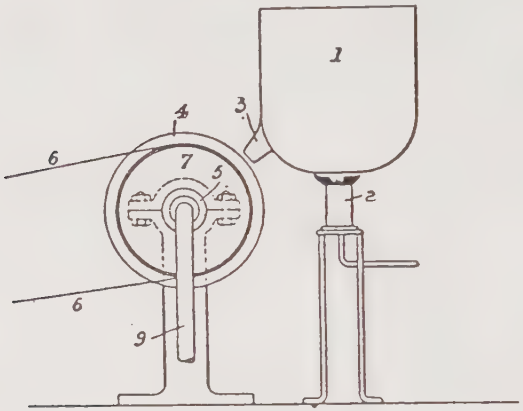
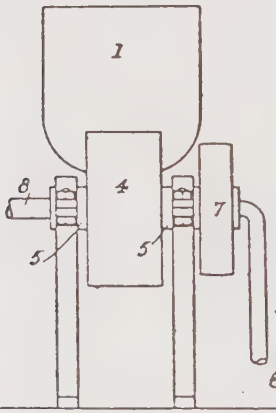


Fig. 2.



1, Schmelztiegel

2, Gasbrenner

3, Ausflußdüse

4, wassergekühlte Cu - Scheibe

5, Wellendichtung

6, Treibriemen

7, Riemenscheibe

8, 9, Wasserleitung

WITNESSES

Walter Abbe

L. H. Geiste

INVENTORS

Edward Halford Strange

Charles Albert Pim

BY

Howson and Howson

ATTORNEYS

Abb. 3: Apparatur aus dem Patent von Strange und Pim zur Herstellung von Zink und Bleifolien (veröffentlicht 1908)

C. Mechanische Eigenschaften

Aus den Materialkenngrößen sieht man, daß metallische Gläser eine große Härte und eine hohe Zugfestigkeit besitzen, die mit den gemessenen Werten höchstfester Vergütungsstähle vergleichbar sind.

Die Härte wird bei den Metall-Metalloid-Gläsern sowohl von der Art der Metalloide, als auch vom Metalloidgehalt beeinflußt. Sie nimmt dabei mit wachsendem Metalloidgehalt zu. Der Einfluß der Metalloide auf die Härte steigt in der Reihenfolge P, Si, C, B an. /16/

Das Verhalten unter einer einachsigen statischen Zugspannung ist bei den metallischen Gläsern stark von der Temperatur abhängig. Bei Temperaturen $T > 0{,}9\ T_g$ (T_g = Glastemperatur) beobachtet man eine homogene plastische Verformung und bei geringen Spannungen ein viskoses Fließen. Verwendet man niedrigere Temperaturen ($T << 0{,}9\ T_g$), so findet man im Spannungsdehnungsdiagramm eine starke Abhängigkeit von den Herstellungsbedingungen und der thermischen Nachbehandlung. Ungetemperte Proben zeigen z. B. ein mikroskopisch duktiles Verhalten. Die inhomogene plastische Verformung läuft dabei in nur wenigen Scherzonen ab. Als Scherzone sieht man Volumenbereiche mit einem großen freien Volumen an, die als Quellen für die Bildung von Gleitbändern dienen (ähnlich den Frank-Read-Quellen bei den kristallinen Metallen). Da relativ langsam abgeschreckte Bänder nur wenig freies Volumen besitzen, oder da während einer Temperung das freie Volumen ausheilt, zeigen solche Proben ein sprödes Verhalten (≙ Anlaßversprödung). Im Spannungsdehnungsdiagramm mißt man bei den nicht relaxierten metallischen Gläsern eine hohe Bruchdehnung. Am Abknicken der Hook'schen Geraden vor dem Bruch erkennt man den Anteil der plastischen Verformung. Die angelassenen Bänder zeigen dagegen keinen plastischen Bereich. Aufgrund der erhöhten Kerbwirkung spröder Materialien wird

auch der Wert der Bruchspannung des ungetemperten Zustands nicht mehr erreicht.

Aufgrund der hohen Härte erwartet man von den metallischen Gläsern auch ein gutes Verschleißverhalten, da in der Regel der Verschleißwiderstand proportional zur Härte ist. So ist es z. B. denkbar, durch die Herstellung von Metallglasoberflächen an kritischen Maschinenelementen, die Reibungs- oder Verschleißverluste zu verbessern.

Weiterhin zeigt sich, bedingt durch die hohe Bruchfestigkeit, der Einsatz der Bänder in Strängen, Geflechten oder Verbunden als aussichtsreich. Durch Verwenden eines teilkristallinen Gefüges läßt sich darüber hinaus die Festigkeit noch verbessern.

D. Elektrische Eigenschaften

Der spezifische Widerstand metallischer Gläser liegt je nach Zusammensetzung der Legierung zwischen 100 und 200 $\mu\Omega$ cm. Er ist dabei um den Faktor 3-4 größer als der spezifische Widerstand der entsprechenden kristallinen Legierung. Abb. 4 zeigt die Abhängigkeit des spezifischen Widerstands und dessen Temperaturkoeffizienten von der Legierungszusammensetzung in dem Ni-P-Legierungssystem. Man erkennt, daß sich durch Wahl der Zusammensetzung eine Kompensation des Temperatur-Koeffizienten zu Null erreichen läßt. /17/

Daneben wurden metallische Gläser entwickelt, die supraleitend werden. Die höchste an metallischen Gläsern beobachtete Sprungtemperatur liegt bei 10 K für stark Mo-haltige Legierungen. /18/

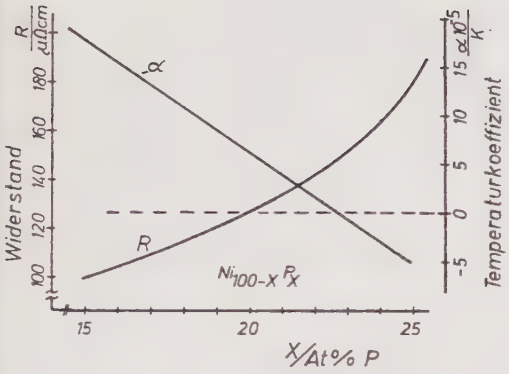


Abb. 4:
Elektrischer Widerstand und dessen Temperaturkoeffizient als Funktion der Zusammensetzung

E. Magnetische Eigenschaften

Das magnetische Moment und der Curiepunkt der metallischen Gläser ist, bedingt durch den hohen Anteil der unmagnetischen Metalloide (Glasbildner) B, C, P, Si, Ge, stark herabgesetzt. Untersuchungen von Masumato /19/ zeigten, daß die Substitution von C und Si an einer Fe_{80} B_{20} Legierung wenig Einfluß auf die Sättigungsmagnetisierung hat, jedoch Ge und P stark die Sättigung erniedrigt. Der Curiepunkt andererseits erniedrigt sich in der Reihenfolge der Elemente Ge > Si > B > C > P. Berücksichtigt man dabei noch, daß Bor und Silizium die Stabilität des glasartigen Zustands im Gegensatz zu Phosphor erhöht (d. h. eine höhere Kristallisationstemperatur bewirkt), so kommen für weichmagnetische metallische Gläser Legierungen im folgenden Zusammensetzungsbereich

$$(Fe\text{-}Ni\text{-}Co)_{70-85}(B\text{-}Si\text{-}(C))_{30-15}$$

in Frage.

In erster Linie wird die Sättigungsinduktion der metalli-

schen Gläser jedoch durch die metallischen Legierungskomponenten bestimmt. Abb. 5 a zeigt den Verlauf der Sättigungsmagnetisierung J_S in den Legierungssystemen Fe-Co, Co-Ni und Fe-Ni mit jeweils 20 At % Bor als Glasbildner. Man erkennt, daß die Sättigungspolarisation bei den Fe-reichen Legierungen am höchsten ist und mit zunehmendem Ni- bzw. Co-Gehalt im wesentlichen abfällt. Das in kristallinen Legierungen beobachtete Maximum im Fe-Co-System ist bei den metallischen Gläsern nur noch ganz schwach ausgebildet und zu der Fe-reichen Seite hin verschoben.

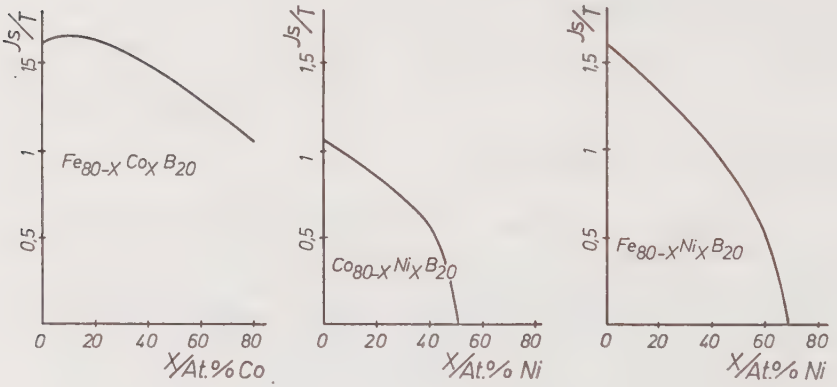


Abb. 5 a: Sättigungspolarisation metallischer Gläser auf Fe-Co-, Co-Ni- und Fe-Ni-Basis /20/

Auch die Magnetostriktionskonstante wird wesentlich durch die Legierungszusammensetzung beeinflußt (Abb. 5 b). Die Magnetostriktion ist bei den Fe-reichen Legierungen positiv und von der gleichen Größenordnung wie bei kristallinen kubischen Werkstoffen ($\lambda_s \approx 30\text{-}40 \cdot 10^{-6}$). Sie nimmt mit steigendem Ni-Gehalt etwa nach der folgenden Beziehung ab.

$$\lambda_s \sim J_s^2$$

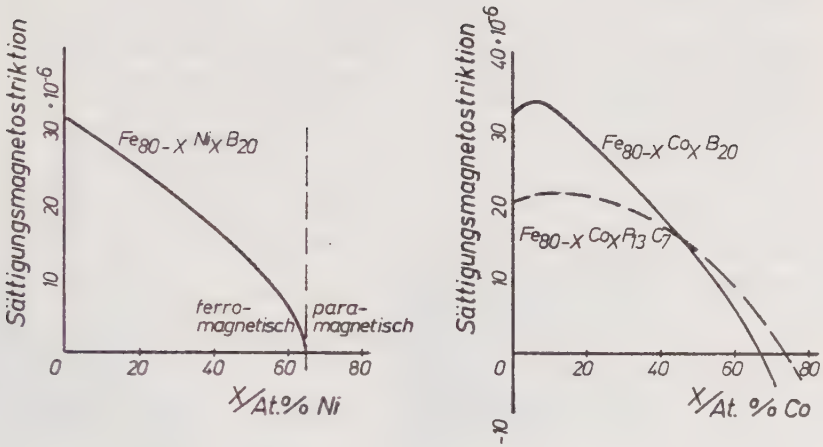


Abb. 5 b: Sättigungsmagnetostriktion metallischer Gläser auf Fe-Ni- und Fe-Co-Basis /20/

Das Verschwinden der Magnetostriktion bei etwa 65 At % Ni im Fe-Ni-System bzw. bei 50 At % Ni im Co-Ni-System ist nur durch das gleichzeitige Verschwinden der Magnetisierung verursacht. Anders verhält sich das Fe-Co-System, das im Co-reichen Gebiet einen technisch interessanten Nulldurchgang der Magnetostriktion bei nicht verschwindender Magnetisierung aufweist.

Wenn bei den metallischen Gläsern auch keine Kristallanisotropie vorhanden ist, so werden die Ummagnetisierungseigenschaften wesentlich durch spannungsinduzierte Anisotropien (Magnetostriktion $\neq 0$) und (oder) strukturelle Anisotropien beeinflußt.

i) Anisotropie einer äußeren Spannung

Eine einfache Zugspannung $\underline{\sigma}$ ruft eine einachsige Anisotropie in Zugrichtung hervor. Die Anisotropiekonstante ergibt sich dann zu

$$K_\sigma = - 3/2 \lambda \sigma \qquad (1)$$

Bei einem beliebigen Spannungszustand ergibt sich folgende Energiedichte

$$e_\sigma = - 3/2 \lambda \sum_1^3 \sum_1^3 \sigma_{iK} \alpha_i \alpha_K \qquad (2)$$

$\underline{\underline{\sigma}}$ = Spannungstensor $\underline{\alpha}$ = Magnetisierungsrichtung

Mit einer Spannung, die in der Größenordnung von 100 Nmm^{-2} liegt, ergibt sich somit eine Anisotropieenergie von 10^3 - 10^4 J/m^3.

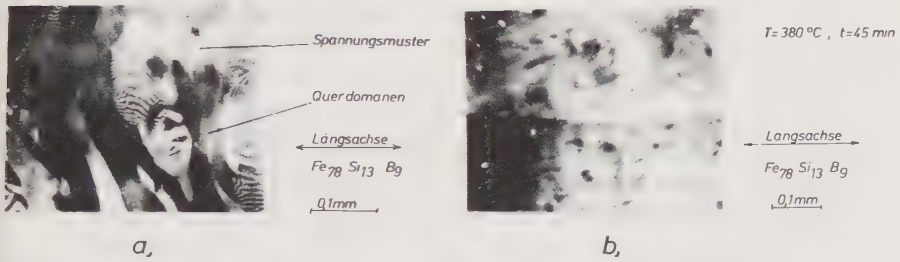
ii) Anisotropie innerer Spannungen

Wie gewöhnliche Silicatgläser besitzen auch die metallischen Gläser innere Spannungen, die beim Erstarrungsprozess eingefroren wurden. Die von diesen inneren Spannungen erzeugten Anisotropien bestimmen das magnetische Verhalten der frisch aus der Schmelze abgeschreckten Bänder.

Im Kerrmikroskop lassen sich die eingefrorenen Spannungen an dem Auftreten von Domänen mit unterschiedlichen Magnetisierungsrichtungen gut erkennen. Charakteristisch sind vor allem die auch von kristallinen Proben bekannten Spannungsmuster (Abb. 6a). Hier wird durch eine örtliche planare Druckspannung eine leichte Richtung senkrecht zur Oberfläche erzwungen.

Eine Kennzahl für die Anisotropieenergie der Volumenanteile, die nur durch Drehprozesse magnetisiert werden, ergibt sich aus der Messung der Hystereseschleife. Sie entspricht dabei der Fläche über dem auslaufenden Teil der Schleife / 21/.

Durch eine Relaxationstemperung (Abb. 7) kann man auch bei den metallischen Gläsern die inneren Spannungen beseitigen. Bei der Beobachtung der Domänen erkennt man dann häufig nur noch zwei große, in Längsrichtung der Bänder magnetisierte Domänen. (Abb. 6 b)



a, b,

Abb. 6: Typische Domänen metallischer Gläser
a) im Herstellungszustand, b) nach einer Entspannungsglühung (T = 380° C, t = 45 min)

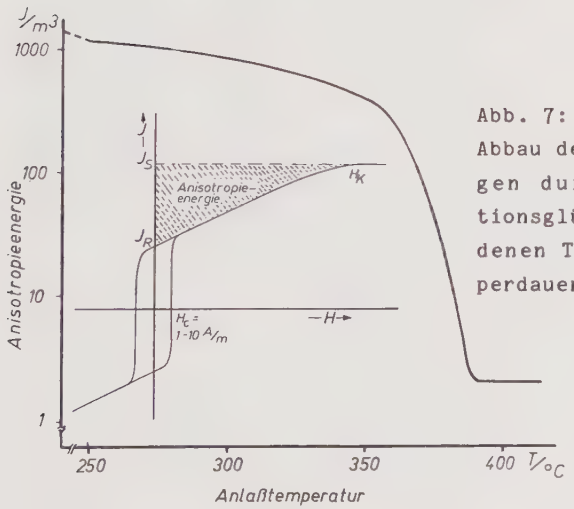


Abb. 7:
Abbau der inneren Spannungen durch eine Relaxationsglühung bei verschiedenen Temperaturen (Temperdauer 1 h)

iii) Magnetfeld und spannungsinduzierte strukturelle Anisotropien

Magnetfeldinduzierte Anisotropien lassen sich speziell bei den Legierungen einbauen, die zwei oder mehrere Übergangsmetalle besitzen /22/, z. B. Fe_{40} Ni_{40} B_{20}. Während einer Magnetfeldtemperung bei einer Temperatur unterhalb der Curietemperatur kommt es bei diesen Legierungen zu einer Paarordnung der Übergangsatome. Die erhaltene Anisotropie folgt dabei nicht direkt dem Magnetfeld, sondern der Magnetisierung /23/.

Der gleiche Effekt läßt sich auch durch eine Temperung erreichen, bei der die Probe einer mechanischen Spannung ausgesetzt ist; dabei kann die Temperatur auch höher als die Curietemperatur sein, da die Paarordnung durch ein Fließen der Atome zustande kommt.

iv) Wachstumsinduzierte Anisotropien

Die wachstumsinduzierte Anisotropie ist wahrscheinlich auf eine schwache anisotrope Paarordnung der Legierungskomponenten während des Herstellungsprozesses zurückzuführen. Sie wird hauptsächlich an aufgesputterten Schichten beobachtet. Jedoch gibt es auch bei den durch das Schmelzspinnverfahren hergestellten Bändern verschiedene Hinweise auf ihre Existenz; zum Beispiel beobachtet man an magnetostriktionsfreien Bändern eine ausgeprägte Domänenstruktur, die das Fließmuster beim Erstarren abzubilden scheint /24,25/.

F. Anwendungsgebiete der weichmagnetischen metallischen Gläser

Im Laufe der Entwicklung der weichmagnetischen metallischen Gläser "kristallisierten" sich drei typische Anwendungsbereiche heraus:

i) Anwendung als Transformatorkern

Speziell in den USA, mit einer im Gegensatz zu Europa völlig anders organisierten Elektrizitätsversorgung, strebt man den Einsatz metallischer Gläser als Kernmaterial für die Verteilungstransformatoren an. Da bei diesem System im allgemeinen ein Transformator pro Haus verwendet wird, der die Mittelspannung auf 110 V herabsetzt, erwartet man von den geringen Ummagnetisierungsverlusten der metallischen Gläser eine wesentliche Energieeinsparung. Diese Energieeinsparung wird umso deutlicher, wenn man bedenkt, daß die Transformatoren die meiste Zeit (ca. 70 %) im Leerlauf arbeiten, die Ummagnetisierungsverluste aber auch in diesem Zeitraum anfallen. Zur Anwendung kommen billige Werkstoffe mit einer hohen Sättigungsmagnetisierung, z. B. $(Fe_{81,5}\ B_{11}\ Si_{7,5})$.

ii) Abschirmung

Für die Anwendung als magnetische Abschirmung ist ein Werkstoff mit einer verschwindend kleinen Magnetostriktionskonstanten und einer hohen Anfangspermeabilität erwünscht. Dies läßt sich mit den magnetostriktionsfreien, kobaltreichen Legierungen verwirklichen (z. B. $Co_{66}\ Fe_4(Mo,Si,B)_{30}$). Die aus diesem Material hergestellten Abschirmungen sind weitgehend unempfindlich gegen Verformung, was einen wesentlichen praktischen Vorteil darstellt.

iii) Induktive Bauelemente

Eine universell einsetzbare Legierungsgruppe, die heute hauptsächlich für induktive Bauelemente und Sensoren verwendet wird, stellen die Eisen-Nickel-Legierungen dar. Sie besitzen sowohl eine relativ große Sättigungsmagnetisierung als auch eine hohe Permeabilität.

III. Technische Magneteigenschaften und ihre mikroskopischen Grundlagen

Bedingt durch die nahezu homogene und isotrope Struktur, erwartet man zunächst von den metallischen Gläsern ein Verschwinden der Koerzitivfeldstärke. Da an Bändern jedoch Koerzitivfeldstärken von 1-10 A/m gemessen werden, existieren also immer noch Hindernisse für die Blochwände. Als Hindernisse werden dabei hauptsächlich Oberflächenunebenheiten, Kristallite oder auch nur innere Spannungen vermutet /26/. An der Bandrückseite (Abb. 5) beobachtet man z. B. oft kleine dreieckförmige Domänenzipfel, die an den Lufteinschlüssen hängen bleiben. (Abb. 8)

Diese Dreiecksdomänen werden durch den schon klassischen, von Neel beschriebenen Mechanismus zur Vermeidung von Streufeldenergie an nicht-magnetischen Einschlüssen erklärt. Insgesamt ist die Koerzitivfeldstärke jedoch meist klein.

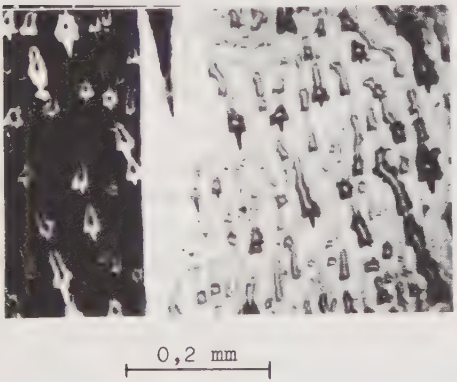


Abb. 8: "Zipfeldomänen" an den Lufteinschlüssen der Bandrückseite

Für die Anwendung der metallischen Gläser als Kernwerkstoff in Transformatoren und induktiven Bauelementen, oder als

Abschirmmaterial sind neben der Sättigungsmagnetisierung und der Koerzitivfeldstärke vor allem die Ummagnetisierungsverluste und die Anfangspermeabiltiät wesentliche Materialeigenschaften.

Die Ummagnetisierungsverluste eines Transformatorkerns setzen sich aus drei verschiedenen Anteilen zusammen /27/:

i) den statischen Hystereseverlusten

ii) den Verlusten nach der klassischen Wirbelstromtheorie

iii) den anomalen Wirbelstromverlusten

Abb. 9 zeigt den schematischen Zusammenhang der einzelnen Verlustkomponenten als Funktion der Magnetisierungsfrequenz.

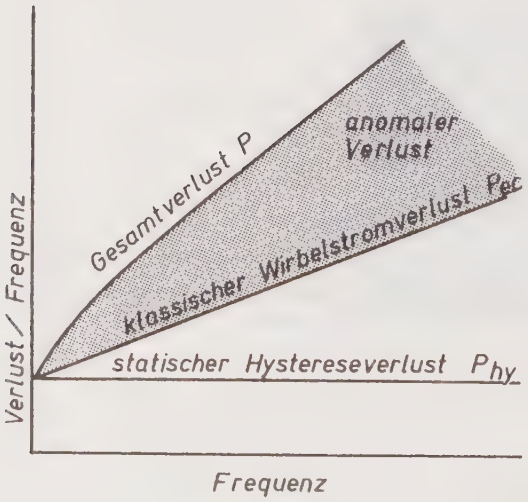


Abb. 9: Aufteilung der Ummagnetisierungsverluste

Die statischen Hystereseverluste sind, bedingt durch die niedrige Koerzitivfeldstärke, bei den metallischen Gläsern sehr niedrig. Sie liegen bei den meisten von uns untersuchten Proben in der Größenordnung von 10^{-3} Ws/kg bei einer Aussteuerung bis in die Sättigung.

Die "klassischen" Wirbelstromverluste beziehen sich auf ein homogen magnetisiertes Material mit konstanter Permeabilität und völliger Flußdurchdringung. Sie leiten sich direkt aus der Maxwellschen Gleichung ab:

$$P_{ec} = \frac{(\pi\, d\, f\, B_m)^2}{6\, \vartheta\, \gamma} \qquad [W/kg]$$

d = Banddicke
B_m = maximale Flußdichte
f = Magnetisierungsfrequenz
ϑ = spez. Widerstand
γ = spez. Gewicht

Da die metallischen Gläser gegenüber Transformatorenblechen aus Siliziumeisen nur 1/10 der Dicke und einen dreifach höheren spezifischen Widerstand aufweisen, erhält man bei gleicher Flußdichte und Frequenz einen um den Faktor 300 niedrigeren Wirbelstromverlust. Für ein Band mit der Dicke von 30 μm, einem spezifischen Widerstand von 125 $\mu\Omega$cm und einer Dichte von 7400 kg/m^3 erhält man z. B. bei einer Frequenz von 2000 Hz und einer Aussteuerung von 0,2 T einen Wirbelstromverlust P_{ec} = 26 mW/kg.

Die anomalen Wirbelstromverluste ergeben sich aus der Tatsache, daß ein ferromagnetisches Material nicht homogen magnetisiert ist, sondern aus Domänen besteht. Die Magnetisierung erfolgt deshalb nicht homogen, sondern durch Verschiebung der Blochwände. In den Blochwänden ist aber die Änderungsgeschwindigkeit wesentlich größer als es dem gleichmäßig magnetisierten Material entspricht. Es wird deshalb in den Wänden ein wesentlich größerer Wirbelstrom induziert, was zu erhöhten Verlusten führt. Diese anomalen oder zusätzlichen

Wirbelstromverluste sind über einen Anomaliefaktor F_W definiert.

$$F_W = 1 + \frac{\text{anomaler Verlust}}{\text{klassischen Wirbelstromverlust}}$$

Pry und Bean fanden durch theoretische Berechnungen /2/ für Transformatorbleche und eine einfache Domänenstruktur mit der Domänenweite L und der Blechdicke D im Grenzfall L/D >> 1 folgende Formel für den Anomaliefaktor:

$$F \sim 1{,}63\ L/D$$

Overshott zeigte /28/, daß für metallische Gläser der nach Pry und Bean berechnete Anomaliefaktor wesentlich kleiner ist als der tatsächlich an Proben gemessene. Dies begründet er damit, daß die Domänen einerseits nicht so gleichmäßig verteilt sind wie im Siliziumeisen und andererseits manche Domänenwände sich nur schwer bewegen. Daraus resultiert ein um den Faktor 3 oder 4 größerer effektiver Wandabstand, so daß sich jetzt ein realistischer Anomaliefaktor von 100 ergibt. Die anomalen Wirbelstromverluste stellen also den dominierenden Anteil der Ummagnetisierungsverluste bei den metallischen Gläsern dar. Aus den oben erwähnten Ausführungen folgt, daß man die Verluste nur verringern kann, wenn es gelingt, das Material durch eine gezielt eingebaute Domänenstruktur so homogen wie möglich zu magnetisieren. Dies ist einerseits durch eine Verringerung der Domänenweite möglich. Wie auch bei den kristallinen weichmagnetischen Werkstoffen ergibt sich auch für die metallischen Gläser dann ein minimaler anomaler Wirbelstromverlust, wenn die Domänen nicht breiter sind als die Dicke des Bandes.

Eine andere Möglichkeit besteht darin, die metallischen Gläser homogen, d. h. über Drehprozesse zu magnetisieren. Hierzu ist ein Material mit einer einachsigen Anisotropie senkrecht zur Bandlängsrichtung erforderlich. Möglich sind dabei im wesentlichen zwei Richtungen der Anisotropie - quer

zum Band und senkrecht zur Bandoberfläche.

Die Einstellung der Anisotropie quer zur Bandrichtung durch eine Magnetfeldtemperung wurde zuerst von Luborsky an dem Eisen-Nickel-Legierungssystem beschrieben /29, 30/. Nach der Temperung erhält man eine Domänenstruktur mit quer zum Band liegenden Streifendomänen.

Die Auswirkung der senkrecht zur Oberfläche gerichteten Anisotropie auf das Domänenbild ist schon von den Spannungsmustern bekannt, die allerdings, bedingt durch eine hohe Anisotropieenergie, nur schwer zu magnetisieren sind. Es läßt sich jedoch durch die folgende Abschätzung zeigen, daß bei den metallischen Gläsern schon eine Anisotropieenergie von 10 J/m^3 ausreichen müßte, um die gewünschte senkrechte Domänenanordnung zu induzieren.

Für eine bestimmte Anisotropieenergie erhält man immer dann senkrechte Domänen (die sogenannten Streifendomänen), wenn die Banddicke eine kritische Dicke D_{cr} überschreitet. /31/

$$D_{cr} = 2\,\pi \sqrt{\frac{A}{K_u}}$$

Mit einer Austauschkonstanten $A = 10^{-11}$ J/m und einer Anisotropieenergie $K_u = 11\ J/m^3$, ergibt sich die kritische Dicke zu 6 μm.

Bei einer typischen Banddicke von 30 μm sind somit die Streifendomänen gut ausgebildet. Gleichzeitig erhält man mit der Streifendomänenstruktur auch eine hohe Anfangspermeabilität /32/. Für die senkrechte Anisotropie ergibt sich eine Rotationspermeabilität

$$u^* = 1 + \frac{J_s^2}{2\,\mu_0\,K_u} \sim 10^5$$

mit $J_s = 1{,}5$ T und $K_u = 11\ J/m^3$

Ähnlich wie die bei der Induzierung der Anisotropie quer zum Band, läßt sich durch eine Magnetfeldtemperung mit Feldrichtung senkrecht zur Oberfläche eine homogene, senkrecht zur Oberfläche gerichtete Anisotropie erzielen.

Daneben wurde in verschiedenen Veröffentlichungen berichtet /5, 6/, daß eine Anlaßbehandlung an Luft oder nahe der Kristallisationstemperatur auch zu einer Verringerung der anomalen Wirbelstromverluste führt.

Eigene Messungen sowie am Institut an Hand von Diplomarbeiten durchgeführte Experimente /33, 34/ zeigten, daß diese Wärmebehandlung zu einer dünnen, kristallinen Schicht auf den Bandoberflächen (speziell auf der Rückseite) führt. Diese Schicht (< 1 µm) setzt das Band unter eine planare Druckspannung und induziert so bei einer positiven Magnetostriktionskonstanten eine einachsige Anisotropie senkrecht zur Bandoberfläche. Abb. 10 zeigt Domänenbilder von verschieden getemperten Proben, Bild a und b wurde nach einer Temperung im Magnetfeld quer zum Band bzw. senkrecht zur Oberfläche aufgenommen, während die dritte Aufnahme ein Domänenbild einer oberflächenkristallisierten Probe wiedergibt.

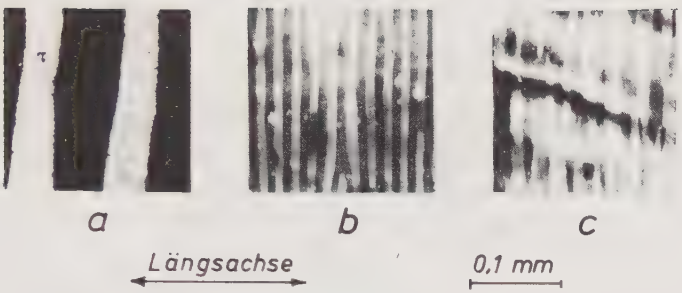


Abb. 10: Streifendomänen unterschiedlich behandelter Proben

a) Fe_{74} Ni_4 B_{13} Si_9 nach Magnetfeldglühung quer zum Band

b) Fe_{74} Ni_4 B_{13} Si_9 nach Magnetfeldglühung senkrecht zur Bandoberfläche

c) Fe_{74} Ni_4 B_{13} Si_9 nach einer Glühung die zu einer Oberflächenkristallisation führte

IV. Herstellung und thermische Nachbehandlung

A. Schmelzspinnverfahren

Um den Einfluß der verschiedenen Herstellungsparameter auf die magnetischen Eigenschaften zu untersuchen, wurden die jeweiligen Bänder nach dem kommerziell üblichen Schmelzspinnverfahren hergestellt. Daneben gestattet es die eigene Fertigung darauf zu achten, daß die glänzende, frei erstarrte Oberfläche nicht durch apparative Einflüsse beeinträchtigt wird. Wir sind somit in der Lage, die Domänen mit dem Kerreffekt direkt zu beobachten, ohne die Proben zu polieren.

Abb. 11 zeigt die Prinzipskizze der Apparatur.

Die jeweilige Legierung wird in einem mit einer Düse versehenen Quarzglasrohr induktiv aufgeschmolzen. Die Temperatur der Schmelze wird mit einem Strahlungspyrometer gemessen. Je nach gewünschter Breite der Bänder ist die Düse als rundes Loch oder als Schlitz ausgebildet (Abb. 12). Während der Abstand Scheibe - Düse bei der runden Düse unkritisch ist (1/2 - 5 mm), liegt er bei der Schlitzdüse bei 1/10 - 3/10 mm.

Dank der großen Oberflächenspannung der flüssigen Metallschmelze fließt die Schmelze nicht schon beim Aufschmelzen aus der Düsenöffnung. Erst ein Überdruck im Glasvolumen über der Schmelze, der nach Erreichen der erforderlichen Schmelzentemperatur durch Öffnen des Magnetventils aufgebracht wird, läßt sie durch die Düsenöffnung fließen.

Die Kühlwalze aus Kupfer hat einen Durchmesser von 160 mm und eine Breite von 30 mm. Bei den Versuchen wurden Scheiben mit verschieden behandelten Oberflächen verwendet: (Cu - poliert, Cu-geschliffen, Cu - hartverchromt glänzend und Cu - vernickelt glänzend). Die jeweilige Scheibe war starr über

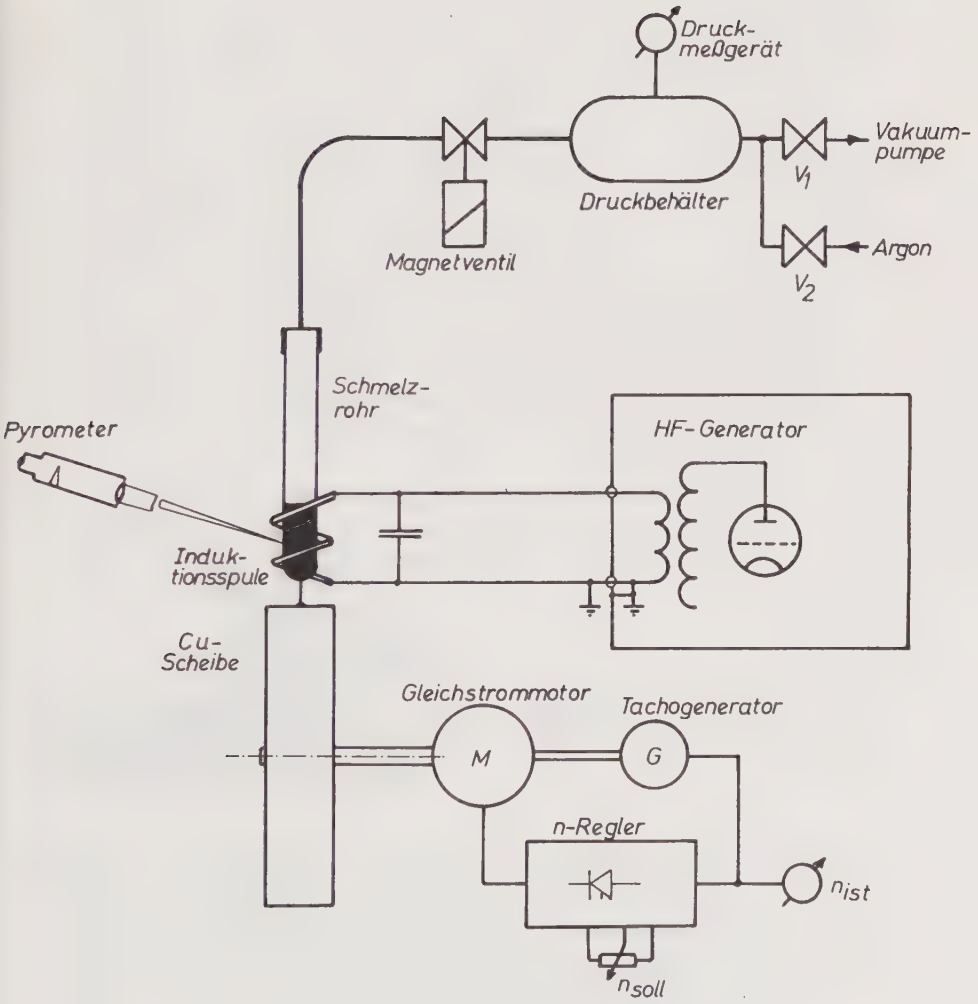


Abb. 11: Schema der aufgebauten Apparatur zur Herstellung metallischer Gläser

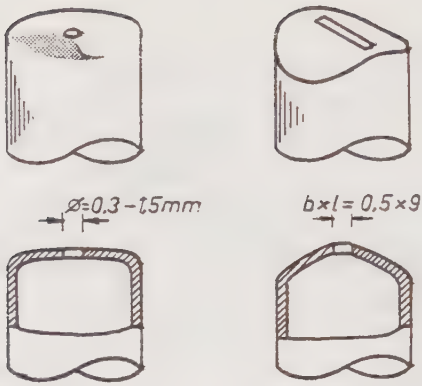


Abb. 12:
Verschiedene Düsenformen

eine Aufnahme auf die Welle eines Gleichstrommotors angeflanscht, dessen Drehzahl sich stufenlos bis 4.000 U/min einstellen läßt, und von einem Regler konstant gehalten wird. Bei dem verwendeten Walzendurchmesser werden somit Umfangsgeschwindigkeiten bis 36 ms^{-1} erreicht.

Beim Schmelzspinnen muß sich der Zufluß der Schmelze und die Menge des abgezogenen, erstarrten Bandes die Waage halten. Für eine runde Düse gilt damit folgende Kontinuitätsgleichung /35/

$$A_p = r^2 \cdot v_s = b \cdot d \cdot v_r$$

A_p = Bandquerschnitt
$2r = D$ = Durchmesser der Düse
v_s = Schmelzstrahlgeschwindigkeit
v_r = Umfangsgeschwindigkeit der Walze
b,d = Breite, Dicke des Bandes

Dies wird bei der Herstellung dadurch erreicht, daß sich im stationären Zustand beim Auftreffen des Schmelzstrahls auf der Scheibe ein Schmelztropfen ausbildet, aus dessen Sohle das erstarrte Band von der Walze abgezogen wird (Abb. 13 a). Die Größe des Schmelztropfens stellt sich dabei so ein, daß die Kontinuitätsgleichung erfüllt wird.

Allgemein kann man sich die Entstehung der metallischen

Gläser folgendermaßen vorstellen:

Von der Kupferscheibe wird der Schmelze an der Kontaktzone soviel Energie entzogen, daß ein dünner Film unter die Glastemperatur abgeschreckt wird und amorph erstarrt. Diese Schicht wird von der rotierenden Scheibe tangential durch den Schmelztropfen hindurchgezogen (Abb. 13 b). Da die Schmelze durch den Film hindurch weiterhin abgekühlt wird, lagert sich auf der zuerst erstarrten Schicht weiteres metallisches Glas an. Am Ende des Schmelztropfens ist dann das Band auf seine größte Dicke angewachsen. Da der Wärmeübergang von dem entstandenen metallischen Glas verschlechtert wird, sinkt mit Wachsen der Dicke des Bandes die Abkühlungsgeschwindigkeit, so daß ab einer bestimmten Dicke die Schmelze nicht mehr amorph erstarrt. Für das Schmelzspinnverfahren mit einer Walze beträgt die maximal erreichbare Dicke ca. 45 µm.

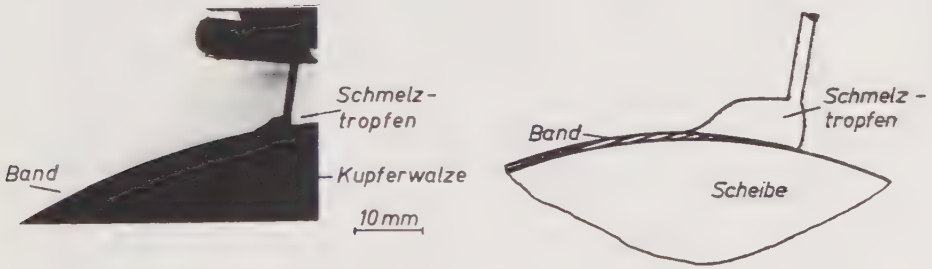


Abb. 13: "Entstehung" eines metallischen Glases

Aus der Kontinuitätsgleichung und der Bernoulligleichung folgt, daß für Düsen mit kreisförmiger Öffnung folgender Zusammenhang zwischen Bandquerschnitt (A_p) und Herstellungsparametern gilt:

$$A_p = \frac{D^2 \pi}{4 v_r} \sqrt{\frac{2 P}{\varrho}}$$

v_r = Umfangsgeschwindigkeit
D = Düsendurchmesser
P = Überdruck über der Schmelze
ϱ = Dichte der Schmelze

Nach dem Verlassen des Schmelztropfens bleibt das Band noch eine gewisse Zeit auf der Scheibe haften und wird dann abgeschleudert. Dabei fällt auf, daß schmale Bänder schneller abheben als breite Bänder. Bei Bändern mit einer Breite > 5 mm muß daher durch einen auf der Scheibe schleifenden Abstreifer aus Teflon das Band künstlich abgehoben werden. Erklärt wird dieses Verhalten dadurch, daß die Schmelze die Luft verdrängt; das dadurch entstandene Vakuum hält dann das Band auf der Scheibe fest. Je nach Breite der metallischen Gläser wird dieses Vakuum unterschiedlich schnell durch die von den Kanten einkriechende Luft abgebaut und damit auch die Haftdauer der Bänder auf der Scheibe beeinflußt. Trotzdem beobachtet man auf der Bandrückseite viele eingedrückte Luftblasen. Liebermann /36/ führte diese Lunker auf die von der Scheibe mitgerissene Luft zurück. S.C. Huang und H. C. Fiedler /37, 38/ zeigten an detaillierten Untersuchungen, wie durch die Veränderung der Form des Schmelztropfens und durch Oberflächenunebenheiten der Scheibe die Luftblasen beeinflußt werden können.

Neben den Parametern, die direkt aus der Kontinuitätsgleichung hervorgehen, wie z. B. Druck, Düsendurchmesser und Umfangsgeschwindigkeit der Walze, wirken sich deshalb alle Einflüsse, die den Schmelztropfen verändern (also hauptsächlich der Spritzwinkel, die Scheibenoberfläche und das den Schmelztropfen umgebende Gas) auf die Qualität und die Geometrie des entstandenen Bandes aus.

Um Bänder auch in verschiedenen Schutzgasatmosphären herstellen zu können, befindet sich bei unserer Anlage um die Düse eine nach vorne offene Kammer (Abb. 14), in die das

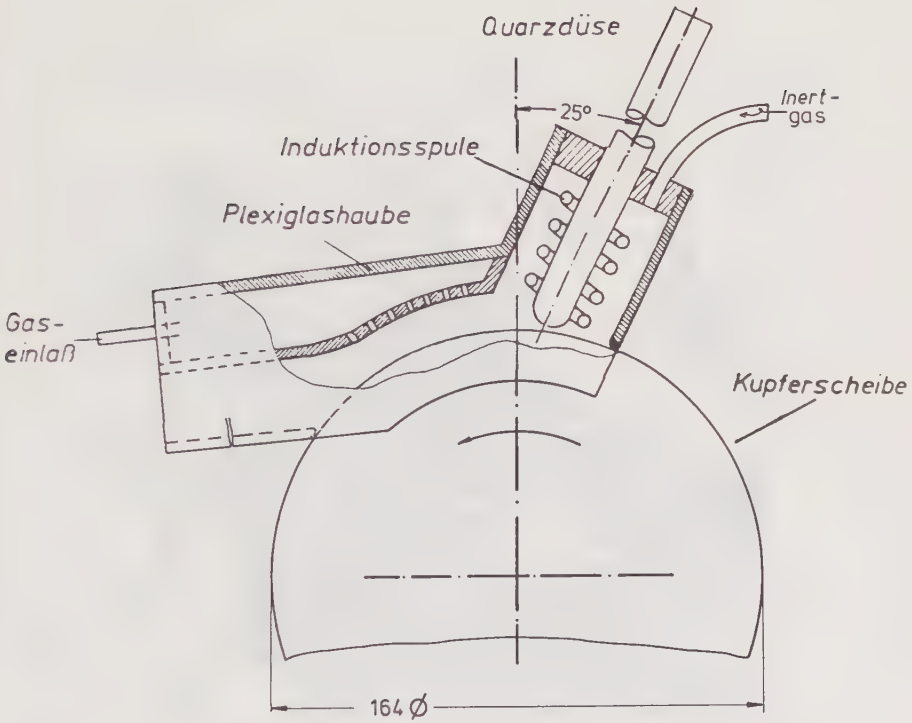


Abb. 14: Anordnung der Schutzgashaube

jeweilige Gas eingeleitet werden kann. Das abgeschreckte Band wird dadurch im Gegensatz zu Apparaturen, die in geschlossenen Kammern eingebaut sind, weiterhin ungehindert abgeschleudert.

Als günstig gegen partielle Oberflächenoxidation hat sich erwiesen, die Schutzgaskammer so zu modifizieren, daß durch einen angebauten Kanal nicht nur der Schmelzstrahl bzw. -tropfen und das unmittelbar erstarrte Band, sondern auch noch das von der Scheibe abgeschleuderte heiße Band sich in der Schutzgasatmosphäre abkühlen kann.

Die aufgebaute Apparatur (Abb. 15) gestattet es, bis zu 30 g Schmelze zu verspinnen. Mit der Schlitzdüse sind Bandbreiten

bis ca. 11 mm zu erreichen. Bei dem von uns bevorzugten Bandquerschnitt von 1,5 mm x 0,035 mm ergeben sich kontinuierliche Bänder von ca. 70 m Länge.

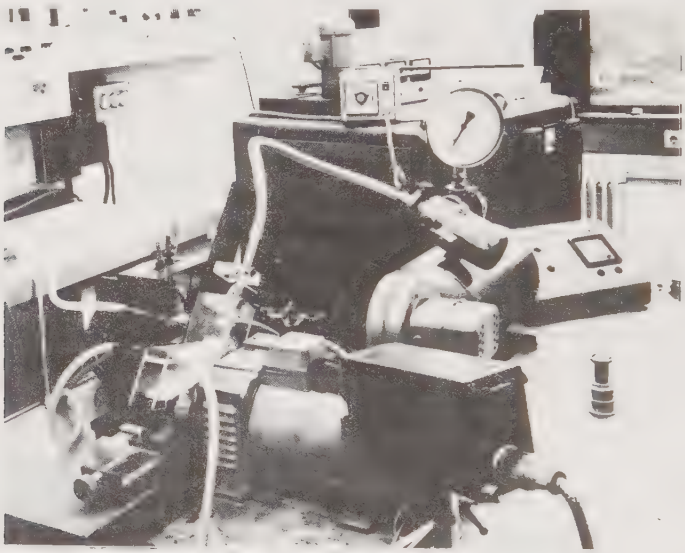


Abb. 15: Bild der aufgebauten Apparatur

B. Temperverfahren

i. Temperung im parallelen Magnetfeld

Die jeweilige Temperung wurde an geraden, ca. 30 cm langen Streifen durchgeführt. Die Temperung parallel zur Bandlängsachse erfolgte in einem vertikalen Rohrofen (Abb. 16). Über der Heizwicklung befindet sich thermisch isoliert die wassergekühlte Feldspule. Bei einem maximalen Erregerstrom von 10 A wird ein Feld von 50 kA/m erreicht. Die Probe hängt in einem VA Rohr, eine Führung schützt sie dabei vor dem Verdrillen. Die Wärmebehandlung kann entweder im Vakuum bei $5 \cdot 10^{-5}$ Torr oder in Schutzgas durchgeführt werden.

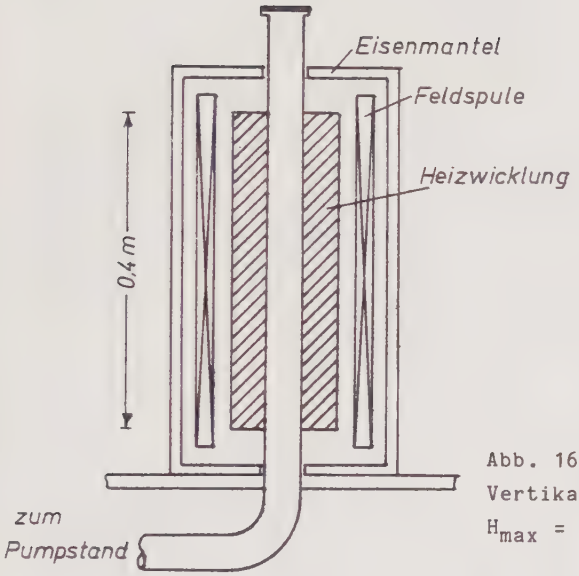


Abb. 16:
Vertikaler Magnetfeldofen
H_{max} = 50 kA/m

ii. Temperung im Feld senkrecht zur Bandoberfläche

Während der Temperung im Magnetfeld senkrecht zur Bandoberfläche wurden die einzelnen Streifen in den Schlitz eines mit zwei Heizpatronen versehenen 30 cm langen Kupferstabs eingeführt. Dadurch wird ein Verdrehen der Probe im Magnetfeld vermieden. Der Kupferblock wird dann in ein Quarzrohr geschoben, das mit Schutzgas gefüllt wird. Die ganze Anordnung ist so in den Luftspalt eines Elektromagneten eingebaut, daß die Proben senkrecht zur Oberfläche magnetisiert werden (Abb. 17).

Die folgende Feldstärkeabschätzung soll zeigen, daß das Feld unseres Elektromagneten ausreicht, die Proben bei der Temperung zu sättigen.
Bei einem Erregerstrom von 30 A beträgt das Feld des Magneten 700 kA/m. Da die Probe senkrecht zu ihrer Oberfläche

magnetisiert wird, beträgt der Entmagnetisierungsfaktor N nahezu 1. Das entmagnestisierende Feld ergibt sich dann zu

$$H_N = N\, J_s(T)/\mu_o$$

Bei einer Temperatur der Probe von 300 °C beträgt die Sättigungsmagnetisierung z. B. für eine $Fe_{72}\ Ni_6\ B_{13}\ Si_9$ Legierung 0,8 T. Das entstehende entmagnetisierende Feld beträgt dann 630 kA/m. Da bei den metallischen Gläsern bei N = 0 ein Feld von ca. 3 kA/m ausreicht, um die Probe zu sättigen, reicht somit das zur Verfügung stehende Magnetfeld aus, um eine senkrechte Anisotropie zu induzieren.

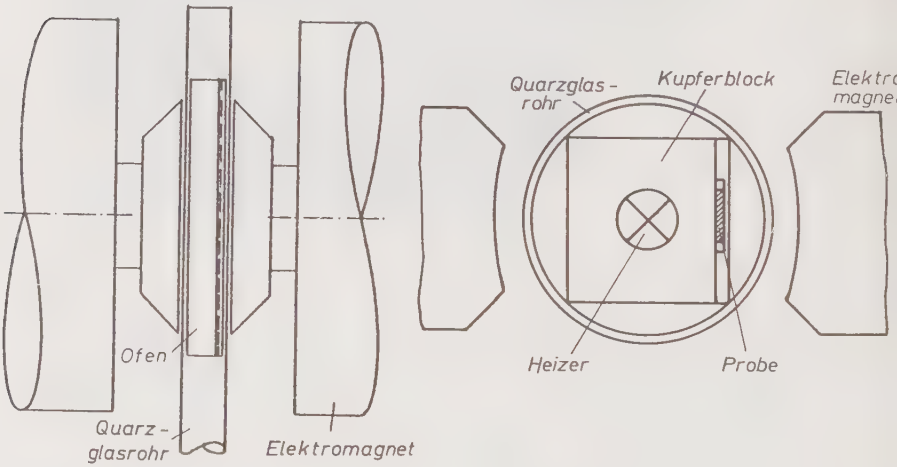


Abb. 17: Ofenaufbau zur Magnetfeldtemperung im Feld senkrecht zur Probenoberfläche

iii. Oberflächenkristallisation

Die Temperungen, die zu einer Oberflächenkristallisation führten, wurden in einem horizontalen Rohrofen durchgeführt. Da bei dieser Wärmebehandlung die Dauer der Temperung sehr genau eingehalten werden muß, kann der Ofen über das Rohr in dem sich die Proben (gerade Streifen von 25-30 cm Länge) befinden, geschoben werden bzw. nach beendeter Temperung wieder entfernt werden. Damit ergeben sich kurze Aufheiz- und Abkühlzeiten. Die Wärmebehandlung kann in Vakuum, in Schutzgas oder in Wasserstoff durchgeführt werden.

V. Meßtechnik

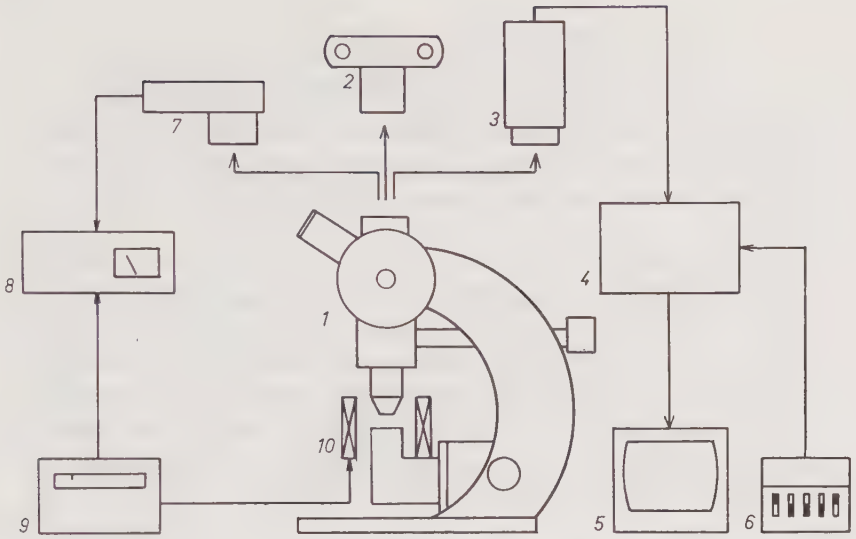
A. Domänenbeobachtung und Messung der Oberflächenpermeabilität

Die Domänenbeobachtung erfolgt mit Hilfe des magnetooptischen Kerreffekts /39/ in einem Zeiss Auflichtmikroskop. Bei diesem Mikroskop ist es möglich, die nötige Schräglichtbeleuchtung zur Beobachtung von Domänen mit Magnetisierung in der Bandebene einzustellen.

Ein digitales Bildverarbeitungssystem, das am Institut entwickelt wurde /40/ und bei Bedarf über eine Videokamera mit dem Mikroskop verbunden werden kann, wurde immer dann verwendet, wenn der Domänenkontrast für eine Dokumentation der Bilder, d. h. zum direkten Fotografieren, zu gering war.

Wie schon in der Einleitung erwähnt, konnten die Domänen an der glatten Oberseite oder auch an der Rückseite von Bändern, die auf verchromten oder vernickelten Scheiben hergestellt waren, direkt beobachtet werden. Um den Kontrast zu erhöhen, wurden die Bänder zusätzlich mit einer Antireflexionsschicht (ZnS) bedampft. Mit dem Bildverarbeitungssystem war es auch möglich, die Domänen an Rückseiten von Proben zu untersuchen, die auf einer geschliffenen Scheibe abgeschreckt worden waren.

Die Messung der Oberflächenpermeabilität wurde am selben Mikroskop durchgeführt. Zu diesem Zweck wurde die Foto- oder Videokamera entfernt und ein Photomultiplier am Tubus aufgesetzt.



1 *Zeiss Auflicht-Polarisationsmikroskop*
2 *Phototubus mit Kamera*
3 *Fernsehkamera*
4 *digitales Bildverarbeitungssystem*
5 *Monitor*
6 *Bedienpult*
7 *Photomultiplier*
8 *Lock-In-Verstärker*
9 *Funktionsgenerator*
10 *Helmholtzspulen*

Abb. 18: Optische Untersuchungsmethoden

Abb. 18 zeigt die Prinzipskizze des Meßaufbaus. Die Probe wird durch ein Helmholtz-Spulenpaar magnetisiert, das von einem Funktionsgenerator (f = 30 Hz - 10 kHz) gespeist wird.

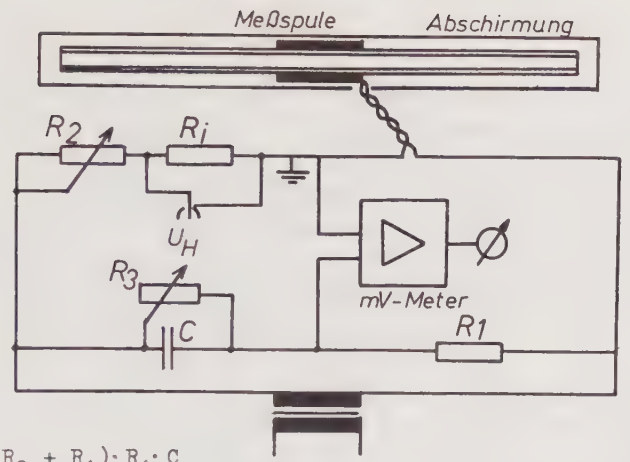
Das Ausgangssignal des Photomultipliers setzt sich aus einer Gleichspannung (ca. 10 V), das der Grundhelligkeit der Probe entspricht, und einer überlagerten Wechselspannung (ca. 50 mV), die dem Magnetisierungskontrast proportional ist, zusammen. Darüberhinaus ist dem Signal noch ein starkes Rauschen überlagert. Um das Meßsignal von den übrigen Signalen zu trennen, wurde zur Messung ein phasenempfindlicher Gleichrichter (Lock-In-Verstärker) verwendet. Das benötigte Synchronisationssignal konnte direkt dem Funktionsgenerator entnommen werden.

Zur Eichung der Anzeige des Lock-In-Verstärkers wird die Probe bis in die Sättigung magnetisiert; da die Sättigungsmagnetisierung bekannt ist, entspricht der abgelesene Spannungswert direkt der Sättigungsmagnetisierung.

Allerdings muß dieser Wert noch durch $\sqrt{2}$ dividiert werden, da das Signal des Photomultipliers nicht mehr sinusförmig, sondern rechteckig ist - die Anzeige des Lock-in-Verstärkers jedoch für sinusförmige Spannungen geeicht ist. Bei der Messung der Oberflächenpermeabilität wurde darauf geachtet, daß die Messung bei sinusförmigem Fluß erfolgte. Die Abhängigkeit des Magnetfeldes der Helmholzspulen vom Spulenstrom wurde mit Hilfe eines Gaussmeters geeicht.

B. Messung der Volumenpermeabilität

Zur Bestimmung der Anfangspermeabilität wurde eine Induktionsmeßbrücke aufgebaut. Als Null-Instrument diente ein empfindliches HF-mVolt-Meter. Um die Brücke erdfrei an den Funktionsgenerator anzuschließen und um einen eventuellen Gleichspannungsoffset abzukoppeln, wird sie über einen Übertrager eingespeist. Sie erlaubt Messungen bis ca. 100 kHz. Um das magnetisierende Feld bestimmen zu können, wird über den Spannungsabfall am Widerstand R_i der Strom durch die Meßspule bestimmt. Für die Messung der Anfangspermeabiltiät wird der Strom so groß eingestellt, daß sich ein maximales Feld H = 0,4 A/m ergibt. Eine weichmagnetische Abschirmung um die Spule sorgt dafür, daß die Probe nicht schon durch das Erdfeld oder andere Fremdfelder vormagnetisiert wird.



$$L = (R_2 + R_i) \cdot R_1 \cdot C$$

$$= \frac{N^2 \cdot \mu_o \cdot \mu_r \cdot A_p}{l}$$

$$\mu_{Probe} = \frac{(L - L_o) \cdot l}{N^2 \cdot A_p \cdot \mu_o}$$

R_1 = Vergleichswiderstand; C = Vergleichskondensator
R_i = Meßwiderstand für Magnetisierungsstrom (≙Feld)
R_2 = Potentiometer zum Abgleich der Induktivität
R_3 = Abgleichpotentiometer für Verlustfaktor
N = Windungszahl der Meßspule
A_p = Bandquerschnitt; l = Spulenlänge
L_o = Induktivität der Meßspule (ohne Probe)
L = Induktivität von Meßspule und Probe

Abb. 19: Permeabilitätsmeßbrücke

C. Anisotropiemeßgerät

Um die Fläche über der Kommutierungskurve, die ein Maß für ungünstige Anisotropien darstellt /21/, einfacher bestimmen zu können, wurde ein Anisotropiemeßgerät entwickelt, das diesen Bereich automatisch bestimmt. Abb. 20 zeigt das Prinzipschaltbild des ausgeführten Gerätes (Vorversuche zu diesem Gerät wurden von Kolb in einer Studienarbeit /41/ durchgeführt).

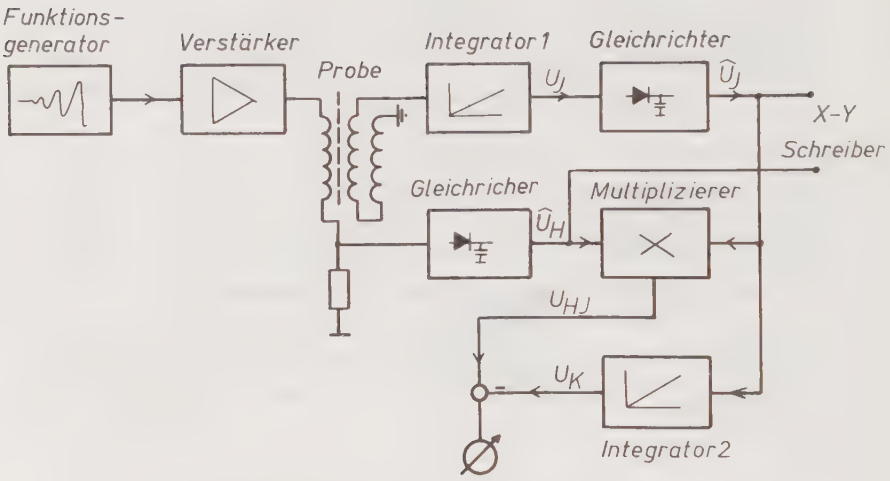


Abb. 20: Anisotropiemeßgerät

Der digitale Sinusgenerator erzeugt eine modulierte Wechselspannung von 30 - 100 Hz mit zeitlich linear wachsender Amplitude. Die maximale Ausgangsspannung des Generators wird zuerst in 256 Schritten (8 bit) auf 0 abgesenkt (Entmagnetisierung) und dann wieder in 256 Stufen auf den Maximalwert gestellt (Meßzyklus), dabei erfolgt der Schaltschritt immer im positiven Maximum der aufeinanderfolgenden Perioden.

Der sich anschließende Verstärker speist die Feldwicklung des "Meßtransformators" mit einem der Spannung des Generators proportionalen Strom. Am Meßwiderstand, der der Feldwicklung in Reihe geschaltet ist, fällt eine dem Strom bzw. dem Feld proportionale Spannung U_H ab.

Der folgende Spitzenwertgleichrichter hält den jeweiligen Maximalwert dieser Spannung fest (= $\hat{U}_H$). Die Sekundärspule besteht aus zwei identischen, gegeneinander geschalteten

Wicklungen. In der einen befindet sich die Probe, die andere dient zur Kompensierung des Luftflusses.

Die Ausgangsspannung der Sekundärseite wird im Integrator 1 in eine der Magnetisierung proportionale Spannung U_J umgesetzt. Der anschließende Spitzenwertgleichrichter liefert wiederum eine dem jeweiligen Maximalwert von U_J entsprechende Spannung (= $\hat{U}_J$).

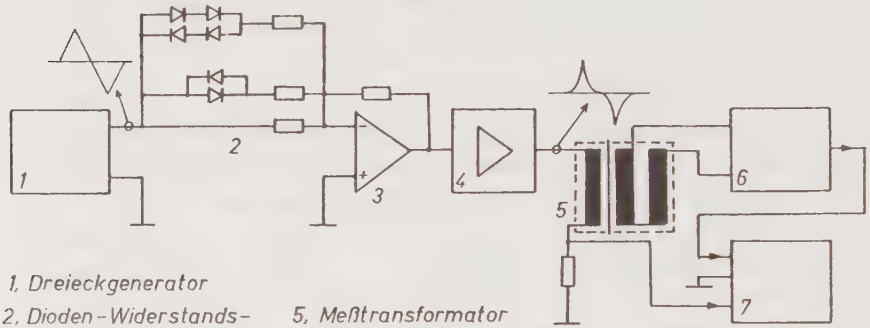
Die Ausgangsspannungen der Spitzenwertgleichrichter sind auch an Buchsen an der Frontplatte des Gerätes abgreifbar. Man kann somit durch Messen des Verlaufs von $\hat{U}_J$ gegen $\hat{U}_H$ mit einem X-Y-Schreiber die Kommutierungskurve aufzeichnen. Die Spitzenwerte von Feld und Magnetisierung werden im nachfolgenden analogen Multiplizierer verknüpft. Am Ausgang steht das Signal U_{HJ} zur Verfügung, das der Fläche der von J und H aufgespannten Ebene entspricht. Da die Kommutierungskurve zeitlinear durchlaufen wird, erhält man durch eine weitere Integration der Spannung $\hat{U}_J$ über den Meßzeitraum eine Spannung U_K, die der Fläche unter der Kommutierungskurve entspricht. Subtrahiert man nun am Ende des Meßzyklus U_K von U_{HJ}, so erhält man schließlich eine der Anisotropie entsprechende Spannung U_A, die am Meßgerät angezeigt wird.

D. Bestimmung der statischen Hystereseschleife an einzelnen geraden Streifen

Abb. 21 zeigt die aufgebaute Anordnung. Die Feldspule wird von einem Leistungsverstärker gespeist, der von einem Funktionsgenerator angesteuert wird. Durch ein Dioden-Widerstandsnetzwerk wird die Ausgangsspannung des Funktionsgenerators so verformt, daß der innere (steile) Bereich der Schleife langsamer durchfahren wird als der Einmündungsbereich in die Sättigung.

Die Sekundärspule ist wieder mit einer Kompensationswicklung

für den Luftfluß versehen. Am anschließenden Fluxmeter erhält man eine dem magnetischen Fluß der Probe proportionale Spannung. Das magnetisierende Feld wird aus dem Strom durch die Feldspule bestimmt. Um die Drift des Fluxmeters klein zu halten, wird die Schleife in ca. 5 sec. durchlaufen.



1, Dreieckgenerator
2, Dioden-Widerstands-netzwerk
3, Operatiosverstärker
4, Leistungsverstärker
5, Meßtransformator
6, Fluxmeter
7, X-Y Schreiber

Abb. 21: Meßaufbau der statischen Hystereseschleife

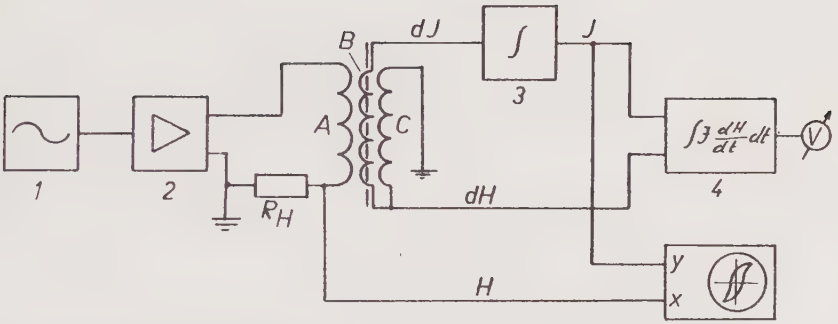
E. Messung der Ummagnetisierungsverluste

Die dynamischen Verluste wurden wieder an einzelnen Streifen gemessen.

Bekanntlich lassen sich die Hystereseverluste durch folgendes Integral beschreiben:

$$V = \int J \, dH/dt \cdot dt$$

Aus diesem Ausdruck ergibt sich dann folgender Meßaufbau (Abb. 22).



1. Funktionsgenerator (1-100kHz)
2. Verstärker
3. Integrator
4. U-Funktionmeter
5. Oszilloskop

A. Feldspule
B. Messwicklung
C. Kompensationsspule

Abb. 22: Schema des Verlustmeßplatzes

Der Sinusgenerator speist die 300 mm lange Primärspule A. In dieser Spule befinden sich die beiden gegeneinander geschalteten, identischen Sekundärspulen B und C. "B" stellt dabei die Meßspule dar, "C" dient zur Kompensation des Luftflusses und gleichzeitig zur Bestimmung der magnetischen Felder. Die Sekundärspannung (dJ/dt) wird im nachfolgenden Integrator integriert. Das U-Funktionsmeter (Norma/Fabrik elektrischer Meßgeräte GmbH) berechnet das Integral und zeigt direkt eine dem Verlust proportionale Spannung an. Zur

Beobachtung der Hystereseschleife am Oszillographen wird das Feld über den Spulenstrom gemessen. Der Verlust ergibt sich dann durch folgenden Ausdruck:

$$V = K_{VJ}\, K_{dH} \frac{1}{\varrho_p\, A_p} U_v^2$$

U_v^2 = Meßgröße am U-Funktionsmeter
K_{VJ} = Integrationskonstante
K_{dH} = Spulenkonstante der Spule
ϱ_p = Dichte der Probe
A_p = Querschnitt der Probe

Berechnung der Konstanten:

$$K_{VJ} = \frac{\text{Zeitkonstante des Integrators}}{\text{Windungszahl der Sekundärspule B}}$$

$$= \frac{1{,}6 \cdot 10^{-4}\,s}{462} = 3{,}46 \cdot 10^{-7}\,s$$

$$K_{dH} = \frac{1}{\mu_o\, A_{wdH}} = 9{,}7 \cdot 10^{7}\ \frac{A}{Vs\ m}$$

A_{wdH} = Windungsfläche der Spule C
$= 8{,}2 \cdot 10^{-3}\ m^2$ Wdg

VI. Auswirkung verschiedener Herstellungsbedingungen auf den Habitus und auf die magnetischen Eigenschaften der Bänder im abgeschreckten Zustand

Als Betriebsparameter lassen sich bei unseren Apparaturen folgende Größen ansehen:

i) Temperatur der Schmelze
ii) Düsendurchmesser bzw. Form
iii) Umfangsgeschwindigkeit der Scheibe V_u
iv) Druck des Treibgases P_i
v) Spritzwinkel α
vi) Scheibenoberfläche
vii) Atmosphäre, an der das Band erstarrt

A. Untersuchung des Spritzvorganges

Für diese Versuche wurden die den Spritzvorgang direkt beeinflussenden Parameter b, c, d und e zyklisch vertauscht. Dabei wurde jeweils ein Parameter variiert und die anderen konstant gehalten.

Die Experimente i - iv wurden auf einer polierten Cu-Scheibe an Luft durchgeführt. Die verwendete Legierung war eine Fe_{40} Ni_{40} B_{20} Legierung, die Schmelzentemperatur betrug 1150° C. Qualitativ lassen sich aus diesen Versuchen folgende Aussagen über den Einfluß der einzelnen Parameter auf das entstandene Band machen:

a) Mit wachsender Umfangsgeschwindigkeit der Scheibe wird das entstandene Band schmaler.

b) Der Düsendurchmesser bestimmt hauptsächlich die Breite der Bänder. Mit wachsendem Durchmesser wird es jedoch immer kritischer, ein kontinuierliches Band zu erzeugen. Ab einem Durchmesser > 1,6 mm war es bei unserer Appara-

tur nicht mehr möglich, Bänder herzustellen.

c) Eine Erhöhung des Treibgasdruckes bewirkt sowohl ein dickeres als auch ein breiteres Band.

d) Durch Variation des Spritzwinkels läßt sich hauptsächlich die Güte der Kanten optimieren. Ein steiler Winkel bewirkt z. B. ein Band mit ausgerissenen Kanten, während ein Winkel von 20 - 30° gleichmäßige Bänder ergibt. Bei zu flachen Winkeln erstarrt die Schmelze nicht mehr auf der Scheibe, sondern wird als Schmelztröpfchen hinweggeschleudert. Eine Veränderung des Winkels beeinflußt jedoch auch die Geometrie der Bänder. Ein steiler Winkel ergibt ein breiteres, aber dünneres - ein flacher Winkel ein schmaleres und dickeres Band.

e) Die Temperatur der Schmelze wurde im Bereich von 1150° C - 1300 ° C variiert. Dabei hat sich bezüglich der Sicherheit der Herstellung und der Güte der Bänder eine Schmelzentemperatur im Bereich von 1250° C - 1300° C als günstig herausgestellt.

Interessant war eine Beobachtung an Bändern, die bei niedrigen Temperaturen (1180° C) und an Heliumatmosphäre gespritzt wurden. Diese Bänder wiesen an der frei erstarrten Oberfläche eine mikroskopisch wellige Struktur auf, die einer Orangenhaut ähnelt.

An den unterschiedlich hergestellten Bändern wurde jeweils der Querschnitt bestimmt und mit dem Betriebsparameter verglichen. Es ergibt sich in guter Übereinstimmung die erwartete Beziehung $A \sim \sqrt{P}/V$ (Abb. 23).

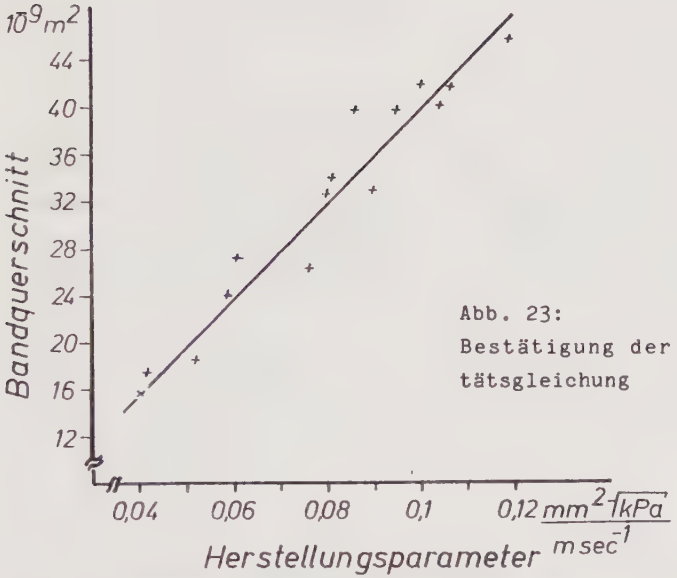


Abb. 23:
Bestätigung der Kontinuitätsgleichung

Neben der Abhängigkeit des Bandquerschnitts von Druck, Umfangsgeschwindigkeit der Scheibe und Düsendurchmesser ist es für die Herstellung metallischer Gläser wichtig, die Abkühlungsgeschwindigkeit und die Banddicke zu variieren. Aus dem Entstehungsmechanismus der metallischen Gläser folgt, daß hauptsächlich die Länge des Schmelztropfens diese beiden Werte beeinflußt.

In Anlehnung an eine Veröffentlichung von Hillmann und Hilzinger /42/ fotografierten auch wir den stationären Schmelztropfen, um dessen Länge (l) zu bestimmen. Unter der Annahme, daß das Band, wenn es den Schmelztropfen verläßt, unterhalb der Glastemperatur abgekühlt ist, ergibt sich die mittlere Abkühlungsdauer (t) zu

$$t = l/v_u$$

und daraus die mittlere Abschreckgeschwindigkeit (Q)

$$Q = \frac{T_l - T_g}{t} = \left(T_l - T_g \right) \frac{v_u}{l}$$

T_e = Schmelztemperatur; T_g = Glastemperatur

Abb. 24 a zeigt die Abhängigkeit der Abschreckgeschwindigkeit von der Umfangsgeschwindigkeit der Scheibe. Die einzelnen Versuche wurden mit Düsen gleichen Durchmessers (Ø = 0,8 mm) bei einem Spritzwinkel von 10° und 25° durchgeführt.

Um den Querschnitt der Bänder konstant zu halten, wurde gleichzeitig mit dem Verändern der Scheibendrehzahl der Gasdruck (p) über der Schmelze gemäß der Kontinuitätsgleichung nachgeregelt, indem p proportional v_u^2 erhöht wurde.

Für die Abhängigkeit der Dicke von der Umfangsgeschwindigkeit (Abb. 24 b) ergibt sich die Proportionalität $d \sim v^{-0,8}$. Eine Veränderung des Spritzwinkels bewirkt dabei im untersuchten Bereich eine Parallelverschiebung der Kurven.

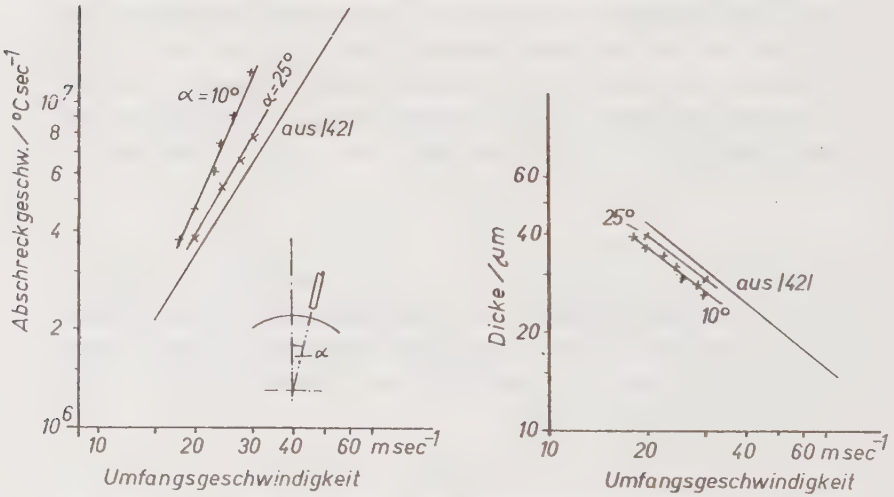


Abb. 24: Abhängigkeit von Abschreckgeschwindigkeit und Banddicke von der Umfangsgeschwindigkeit der Walze bei konstant gehaltenem Bandquerschnitt

B. Abschrecken von Bändern auf Scheiben mit verschieden präparierten Oberflächen

Nach längerem Betrieb der Anlage stellt man auf den polierten Cu-Scheiben eine Oberflächenveränderung fest, die zuerst glänzende Oberfläche wird matt und wellig. Um ein häufiges Nacharbeiten zu vermeiden, wurde deshalb versucht, metallische Gläser auf Cu-Scheiben herzustellen, die mit einer harten, glänzenden Chrom- oder Nickelschicht von 2 µm Dicke versehen waren. Jedoch zeigten sich schon nach kurzem Betrieb Risse in der Cr oder Ni Schicht, die bei längerer Betriebszeit zunahmen.

Der flüssige Schmelzstrahl bewirkt wegen der verschiedenen Ausdehnungskoeffizienten von Kupfer und Chrom bzw. von Kupfer und Nickel einen Thermoschock, der die Cr- oder Ni-Schicht zum Reißen bringt. Da eine Oberflächenschicht keine Vorteile für die Standzeit der Scheibe bringt, wurden daraufhin Bänder auf einer unpolierten, nur mit Naßschleifpapier bis zur Körnung "800" geschliffenen Kupferscheibe hergestellt.

Die auf den verschiedenen Scheiben abgeschreckten Bänder lassen sich wie folgt charakterisieren: Bei allen Bändern ist die frei erstarrte Oberfläche optisch glatt und nur leicht gewellt. Die Unterseite, d. h. die Kontaktseite zur Walze, weist dagegen Hohlräume ähnlich den Gießlunkern auf. Die Stellen zwischen den Lunkern zeigen dann den Abdruck der Scheibenoberfläche.

Im Gegensatz zu den Bändern, die auf einer glänzenden Scheibe hergestellt wurden und relativ große Lunker auf der Bandrückseite enthalten, weisen die auf der geschliffenen Scheibe "gesponnenen" Proben feinere, jedoch auch häufigere Gasblasen auf. Die von der Scheibe mitgerissene Luft weicht hier in die Schleifkratzer der Scheibe aus und kann sich somit nicht zu größeren Luftblasen zusammenballen (Abb. 25).

Die Bänder weisen damit sowohl eine gleichmäßigere Rückseite, als auch eine nur wenig gewellte Vorderseite auf. Dieser Effekt kann für die Herstellung von Transformatoren aus metallischen Gläsern von Vorteil sein, da sich mit gleichmäßigeren Bändern ein besserer Füllfaktor erreichen läßt.

Abb. 26 zeigt Domänenbilder von Rückseiten unterschiedlich hergestellter Bänder. Man sieht deutlich, wie der Abdruck eines Risses der Chromschicht einen Abbruch der Längsdomäne bewirkt, wobei zur Kompensation der magnetostatischen Energie Abschlußbereiche entstehen. Bei den Bändern, die auf der geschliffenen Scheibe und an Helium hergestellt wurden, waren selbst mit dem Bildverarbeitungssystem die Domänen nur schwer zu dokumentieren, was auf eine sehr rauhe Oberfläche deutet.

Im Normalfall wurden die metallischen Gläser auf einer geschliffenen Scheibe hergestellt, die die größte Standzeit aufwies. Nur wenn eine Beobachtung der Domänen auf der Rückseite erwünscht war, wurde auf eine polierte oder verchromte Scheibe, die die beste Domänenbeobachtung ermöglichte, zurückgegriffen.

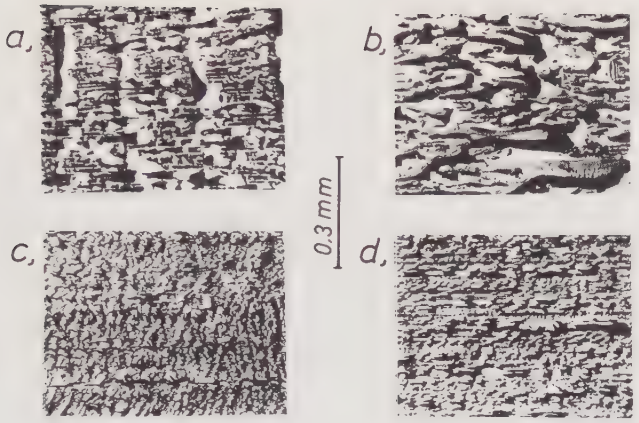


Abb. 25: Rückseitenrelief unterschiedlich hergestellter Bänder

a) verchromte Scheibe Heliumatmosphäre
b) verchromte Scheibe Luftatmosphäre
c) geschliffene Cu-Scheibe Heliumatmosphäre
d) geschliffene Cu-Scheibe Luftatmosphäre

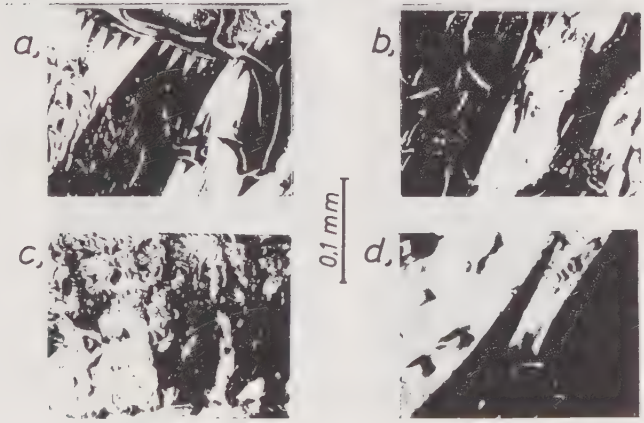


Abb. 26: Mit dem Bildverarbeitungssystem aufgenommene Domänenbilder an Rückseiten unterschiedlich hergestellter Bänder

a) verchromte Scheibe Heliumatmosphäre
b) verchromte Scheibe Luftatmosphäre
c) geschliffene Scheibe Heliumatmosphäre
d) geschliffene Scheibe Luftatmosphäre

C. Herstellung von ebenen Bändern

Metallische Gläser, die, wie üblich auf einer Scheibe mit zylindrischer Lauffläche hergestellt wurden, zeigen im Querschnitt eine Wölbung quer zur Längsrichtung des Bandes (Abb. 27a). Dabei wellt sich die Probe immer konkav zur frei erstarrten Oberfläche hin. Dieses Verhalten läßt sich dadurch erklären, daß das Volumen unter der frei erstarrten und dadurch langsamer abgekühlten Oberfläche eine größere Dichte aufweist, als an der schneller, im Kontakt mit der Scheibe erstarrten Rückseite. Speziell bei Biegeexperimenten /43/ führt dies zu überlagerten Spannungen, da diese Krümmung beim Biegen unterdrückt wird. Dabei wird an der Oberfläche eine zusätzliche Zugspannung quer zur Längsseite des Bandes induziert. Um ebene Bänder herzustellen, wurde deshalb der Schmelzstrahl auf einer balligen Profilscheibe abgeschreckt. Schmelzspinnversuche mit verschiedenen Profilradien (Abb. 27 b) ergaben bei einem Radius von 7 - 8 mm ein ebenes Band.

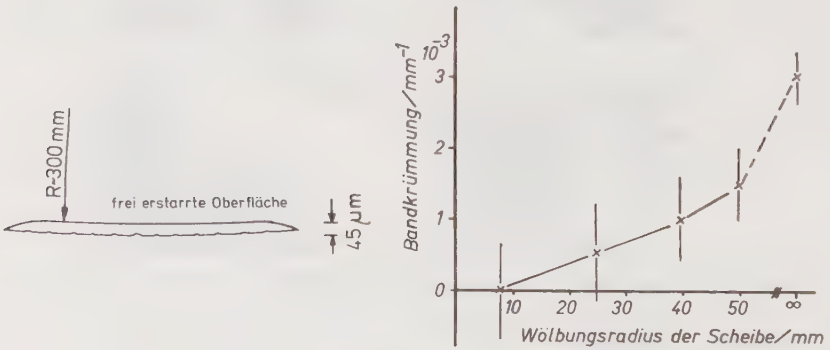


Abb. 27: Wölbung des Bandes in Abhängigkeit von der Balligkeit der Scheibe

D. Einfluß verschiedener Gasatmosphären auf die Oberflächenbeschaffenheit metallischer Gläser

An Luft hergestellte Bänder zeigen bei der Beobachtung von Domänen im Polarisationsmikroskop oft störende Schlieren auf der frei erstarrten Oberfläche (Abb. 28a). Dies legt die Vermutung nahe, daß es sich dabei um eine örtliche Oxidation handeln könnte. Deshalb wurden Bänder in einer Edelgas- oder Stickstoffatmosphäre hergestellt. Da die so gefertigten Gläser diese Schlieren nicht mehr aufweisen (Abb. 28b), handelt es sich also tatsächlich um eine lokale Oxidation. Durch die Verwendung von Schutzgas wird somit die Beobachtung der Domänen wesentlich erleichtert. Als besonders günstig hat sich Helium als Schutzgas herausgestellt. Durch die hohe Reynoldzahl bekommt man zusätzlich eine laminare Strömung um den Schmelztropfen /44/, was zu einem sehr gleichmäßigen Band mit glatten Kanten führt.

Abb. 28: Vergleich der Oberflächen eines herkömmlichen an Luft und eines an Helium abgeschreckten Bandes. Auf der an Helium hergestellten Proben sind die Domänen wesentlich leichter zu erkennen.

Beim Betrachten der Bandrückseiten (Abb. 25 und 26) stellt man bei den an Heliumatmosphäre hergestellten Bändern fest, daß diese Proben kleinere Gasblasen aufweisen und auch der Abdruck der Scheibe deutlicher ist, als bei an Luft abgeschreckten Bändern. Rasterelektronische Aufnahmen bestätigen diese Beobachtungen, man sieht deutlich eine Zunahme der Kontaktfläche zwischen Scheibe und Band bei der an Helium gefertigten Probe (Abb. 29).

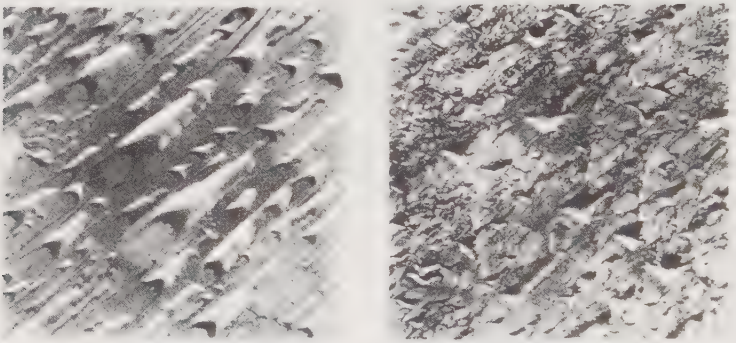


Abb. 29: Rasterelektronische Aufnahmen von Bandrückseiten
a) an Luft, b) an Helium hergestellt

E. Auswirkung der Herstellung auf die magnetischen Eigenschaften der metallischen Gläser

Bei der Herstellung metallischer Gläser unter verschiedenen Herstellungsbedingungen, wie z. B. bei Variation der Umfangsgeschwindigkeit der Scheibe, des Druckes oder des Spritzwinkels, konnte keine nennenswerte Auswirkung der Versuchsparameter auf die Koerzitivfeldstärke gefunden werden.

Mißt man jedoch die für eine Magnetisierung in Längsrichtung ungünstige Anisotropieenergie, so erkennt man eine starke Abhängigkeit speziell von den Parametern, die die Abschreckgeschwindigkeit beeinflussen. Ein kurzer Schmelztropfen ergibt z. B. ein Band mit einer großen Anisotropie, während langsam erstarrte metallische Gläser nur kleine Anisotropien besitzen. Vergleicht man das Domänenbild mit den gemessenen Anisotropien, so ergibt sich folgender Zusammenhang:

Planare Domänen: Anisotropieenergie < 50-250 J/m^3

Wachsender Anteil von Spannungsmuster: Anisotropieenergie > 300 J/m^3

Diese Tatsache läßt sich auch durch eine weitere Versuchsreihe bestätigen. Hier wurden Bänder auf Scheiben mit verschiedenen Oberflächen bei verschiedenen Spülgasen hergestellt.

Die Tabelle /Tab.1/ zeigt die Auswirkungen der verschiedenen Herstellungsbedingungen auf die magnetischen Eigenschaften. Hier fällt hauptsächlich die starke Abhängigkeit der eingefrorenen Anisotropieenergie (= Fläche über der Hystereseschleife) von den verwendeten Spülgasen auf. Speziell die Kombination Cu-Oberfläche und He-Atmosphäre führt zu einer großen Anzahl von Spannungsmustern (= hohe Anisotropieenergie). Dagegen war diese Abhängigkeit nicht

bei Bändern festzustellen, die auf den verchromten oder vernickelten Scheiben hergestellt waren.

Der Grund für dieses Verhalten dürfte in den beobachteten unterschiedlichen Kontaktflächen von an Luft und an Helium hergestellten Bändern zu sehen sein. Während bei der vernikkelten oder verchromten Scheibe die Wärmeleitfähigkeit von der Metallschicht begrenzt wird, so daß sich eine unterschiedliche Kontaktfläche nicht auswirkt, bewirkt eine größere Kontaktfläche bei den Kupferscheiben eine schnellere Abkühlung. Dies führt zu größeren und ungleichmäßigeren inneren Spannungen, die dann im Domänenbild als Spannungsmuster sichtbar werden.

Scheiben-oberfläche	Spül-gas	Anisotropie* Wsm^{-3} ± 10%	Domänen
Cu-poliert	Luft	135	wenige Längsdomänen
	He	440	Spannungsmuster
	Ar	90	Längsdomänen
	N	100	Längsdomänen
Cu-geschliffen	Luft	170	Längsdomänen
	He	320	Spannungsmuster
	Ar	90	Längsdomänen
	N	90	Längsdomänen
Chrom	Luft		
	He	140 ± 30	Längsdomänen
	Ar		
	N		
Nickel	Luft		
	He	140 ± 30	Längsdomänen
	Ar		
	N		

Legierung: $Fe_{79}Si_7B_{14}$

Herstellparameter: T = 1300°C
P = 1240 mbar
U = 26 m/sec

*Die Anisotropieenergie wurde aus der Fläche über der statischen Hystereseschleife ermittelt.

Tab.1 Auswirkung verschiedener Herstellungsparameter auf die magnetischen Eigenschaften

VII. Thermische Nachbehandlung

A. Entspannungstemperung

Zum Abbau eingefrorener innerer als auch äußerer Spannungen, die zu unerwünschten Anisotropien führen, müssen die metallischen Gläser zuerst einer Relaxationstemperung unterzogen werden. In einem Vorversuch wurden deshalb zuerst die nötigen Parameter für den Abbau dieser Spannungen gesucht.

Hierzu wurden metallische Gläser als gerade Streifen, in einem vertikalen Rohrofen hängend, an Formiergasatmosphäre (30 % H_2, 70 % N_2) angelassen.

Um die Veränderung des Domänenmusters nach den einzelnen Temperungen an der gleichen Stelle der Proben zu verfolgen, wurden immer dieselben Bänder angelassen. Die erste Glühung wurde bei 250° C durchgeführt, bei den weiteren Temperungen wurde die Temperatur in Schritten vom 20° C oder 30° C bis auf 420° C erhöht. Die Dauer der Temperung betrug jeweils eine Stunde.

Als Maß für den Abbau der eingefrorenen Spannungen wurde die nach der jeweiligen Temperung noch vorhandene Anisotropieenergie verwendet. Die Versuche wurden an drei Proben durchgeführt, die sich folgendermaßen unterschieden:

Probe a) an Luft hergestellt (d. h. geringe innere Spannungen im Ausgangszustand)

Probe b) an Helium hergestellt (d. h. hohe innere Spannungen)

Probe c) wie Probe b, jedoch während der Temperung mit einem Gewicht von 22,54g belastet (σ = 5,1 N/mm^2).

Bei dem geringen Gewicht der Proben von ca. 65 mg ist eine überlagerte Zugspannung durch das Eigengewicht bei der Probe "a" und "b" zu vernachlässigen. In Abb. 30 wurde die Abnahme der Anisotropie bei den einzelnen Temperungen aufgetragen. Bei allen drei Proben erkennt man, daß eine Abnahme der inneren Spannungen erst bei Temperaturen > 270° C einsetzt. Ab 320° C sind bei der Probe "a", bzw. ab 390° C und 370° C bei den Proben "b" und "c" die inneren Spannungen bis auf eine konstant verbleibende Anisotropieenergie von ca. 2 J/m^3 relaxiert.

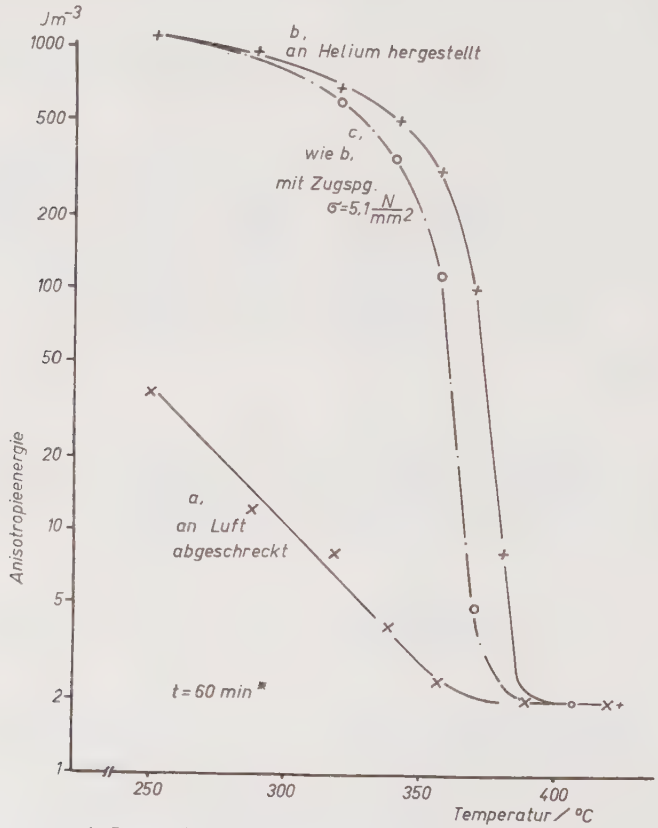


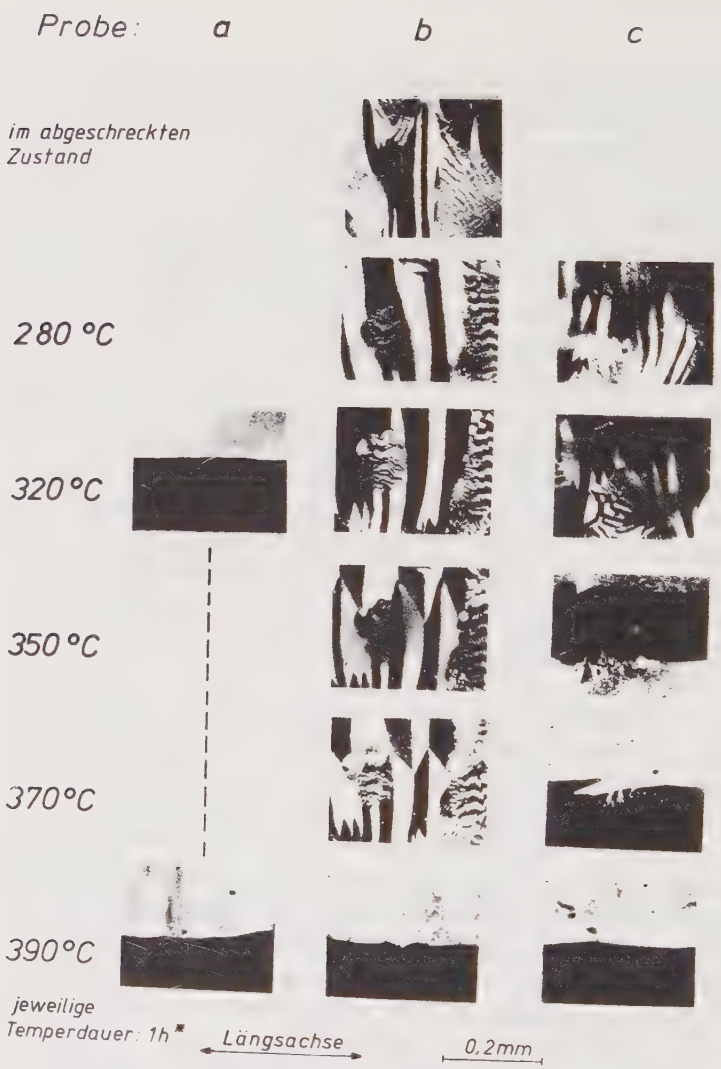
Abb. 30: Relaxationsverhalten metallischer Gläser

Ein weiterer Aufschluß über die Auswirkung der Temperung ergibt sich auch aus der Veränderung des Domänenmusters im Verlauf der Temperung (Abb. 31).

Bei der Probe "a" waren schon im Ausgangszustand hauptsächlich Längsdomänen vorhanden, nur am Probenrand sind die Domänen durch den Einfluß von Spannungen gekrümmt. Diese Domänen verschwinden dann im Verlauf der Relaxationstemperung, so daß z. B. nach der Temperung bei 320° C nur noch zwei Längsdomänen zu beobachten sind. Anders sieht der Verlauf bei der Probe "b" oder "c" aus. Hier erkennt man bei der Probe "b" eine Umordnung des Domänenmusters nach der Temperung bei 250° C (die sich allerdings auf die Anisotropieenergie nicht auswirkt), danach bleibt das Bild bis nach der "Glühung" von 337° C konstant. Ab 357° C sieht man deutlich den Einfluß einer Längswand im Probenvolumen auf den Domänenkontrast des sonst unveränderlich gebliebenen Oberflächenmusters (geschichtete Struktur).

Auch die Temperung bei 370° C zeigt fast noch das gleiche Muster - nur wurde der Zick-Zack-Winkel der Wand im Probenvolumen flacher. Erst bei Temperaturen ab 390° C ist das Oberflächenmuster verschwunden - die leicht zick-zack-förmige Wand der Längsdomänen läßt jedoch immer noch auf eine Wechselwirkung mit Oberflächenanisotropien schließen. Bei der mit Gewicht belasteten Probe "c" zeigt sich die geschichtete Domänenstruktur schon nach der Temperung bei 319° C. Das "Durchscheinen" der inneren Längsdomänen wird mit steigender Temperatur der Wärmebehandlung immer deutlicher. Nach der Temperung bei 370° C sind bei dieser Probe nur noch vereinzelt "harte" Spannungsmuster sichtbar, die bei 390° C schließlich auch verschwunden sind.

Diese Beobachtungen lassen darauf schließen, daß die metallischen Gläser nicht homogen entspannen, sondern die Relaxation zuerst im Probeninnern beginnt, während die Oberflächen erst bei höheren Temperaturen relaxieren, bzw. daß die Oberfläche stärker verspannt ist als das Probenvolumen.



* die Temperreihen wurden sequeziell mit der gleichen Probe durchgeführt

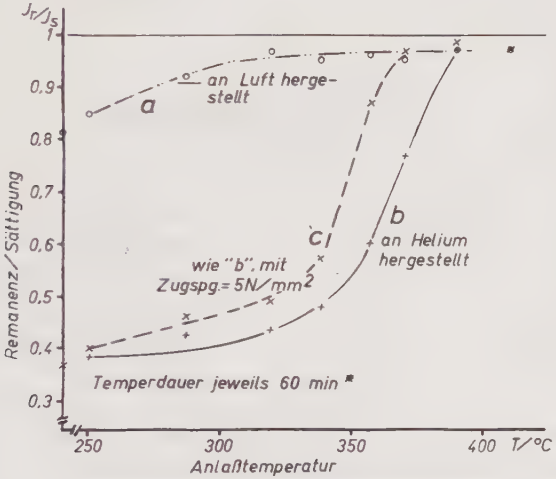
Abb. 31 Veränderung des Domänenmusters während der Entspannungstemperung

Probe a: an Luft hergestellt

Probe b: an Helium hergestellt

Probe c: wie b, jedoch bei der Temperung mit einem Gewicht belastet (σ = 5,1 N/mm^2)

Dies wird auch aus der Veränderung der Hystereseschleife im Verlauf der Temperung deutlich (Abb. 32).Aus dem Verhältnis der Magnetisierung der inneren Schleife (= Remanenz) zur Sättigungsmagnetisierung kann man den leichtmagnetisierbaren Volumenanteil am Gesamtvolumen der Probe abschätzen. Beim ersten Erscheinen der Längsdomänen im Probenvolumen ist z. B. der entspannte Volumenanteil auf ca. 60 % des Probenvolumens angestiegen.



* die Temperreihen wurden sequeziell mit der gleichen Probe durchgeführt

Abb. 32: Änderung des Verhältnisses J_r/J_s im Verlauf der Entspannungstemperungen

In einem weiteren Versuchsteil wurden die Proben waagerecht liegend als auch hängend bei 385° C verschieden lang geglüht. Bei der waagerechten Temperung wurden wieder Proben mit vielen und wenigen Spannungsmustern verwendet. Abb. 33 zeigt den Abbau der Anisotropieenergie im Verlauf der Temperungen. Auch hier relaxiert die verspannte Probe deutlich langsamer. Auffällig ist jedoch die noch verbleibende, relativ hohe Anisotropieenergie beider Proben von 50 J/m^3. Dagegen fällt bei den hängend getemperten Proben schon nach 30

Minuten die Anisotropieenergie auf einen konstanten Wert von 2-3 J/m^3 ab.

Der Grund für diese Diskrepanz sind wahrscheinlich Druckspannungen, die bei der liegenden Temperung durch Reibung der Probe auf der VA-Unterlage eingebracht werden.

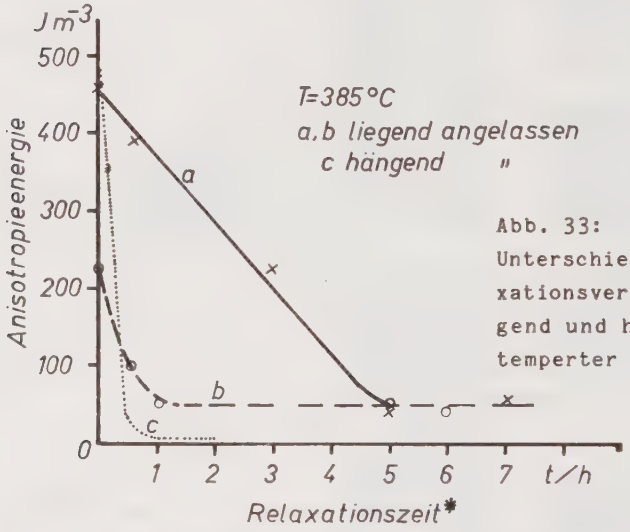


Abb. 33:
Unterschied im Relaxationsverhalten liegend und hängend getemperter Proben

* die Temperreihen wurden sequeziell mit der gleichen Probe durchgeführt

Um den Abbau äußerer Spannungen (z. B. Biegespannung) zu untersuchen, wurden, einem Vorschlag von Luborsky folgend /45/, die Bänder vor der Temperung zu Ringen von 30 mm Durchmesser gewickelt und festgehalten. Der bleibende Durchmesser, der sich nach der Wärmebehandlung einstellt, ist dann ein Maß für den Abbau der Biegespannung. Abb. 34 zeigt für verschiedene Temperaturen die Relaxation der Proben. Man erkennt, daß bei einer Temperatur von 375° C nach 60 Minuten die Biegespannung zu 90 % abgebaut und nach 100 Minuten vollständig relaxiert ist. Bei einer Versuchstemperatur von 400° C sind die Proben bereits nach 30 Minuten vollständig entspannt.

Aus den beiden Relaxationsexperimenten ergab sich, daß sowohl die bei der Herstellung eingebauten inneren Spannungen, als auch Biegespannungen, die sich z. B. beim Wickeln der Bänder zu Ringkernen ergeben, aufgebaut werden. Bei unseren Versuchsbedingungen hat sich bei beiden Experimenten eine einstündige Temperung bei 385° C als günstig erwiesen.

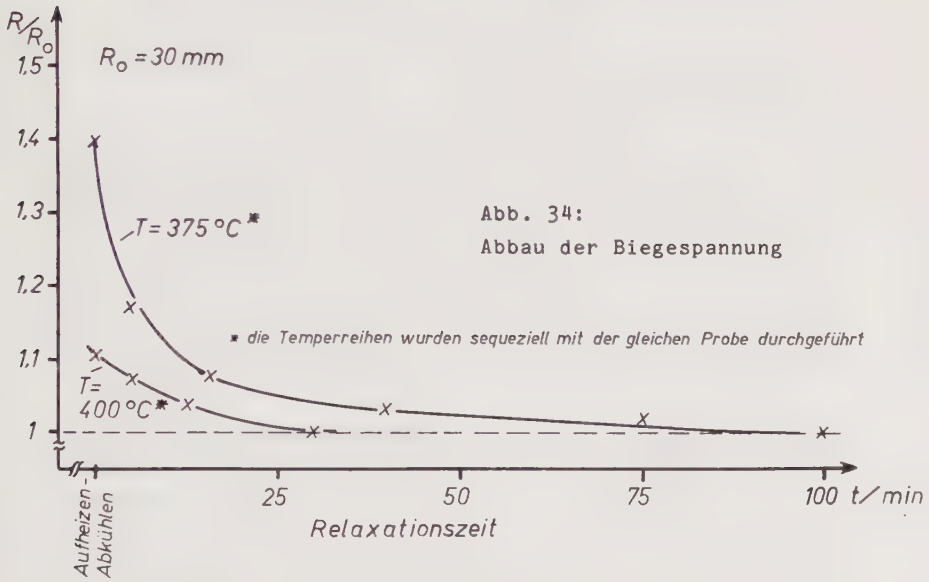


Abb. 34:
Abbau der Biegespannung

B. Temperung im Magnetfeld senkrecht zur Oberfläche

Wie schon in den theoretischen Grundlagen erörtert, lassen sich die dynamischen Eigenschaften der metallischen Gläser, d. h. die Permeabilität und die Ummagnetisierungsverluste, entweder

a) durch eine Verfeinerung der Domänenstruktur oder

b) durch eine homogene, über Drehprozesse verlaufende Magnetisierung verbessern.

Da eine Verfeinerung der Domänen nur schwer zu erzielen ist, z. B. beim punktuellen Aufschmelzen der metallischen Gläser durch Abrastern mittels eines Impulslasers /46/, jedoch schon eine geringe senkrechte Anisotropie ausreicht, um die erforderlichen Streifendomänen zu induzieren, wurde versucht, durch eine Temperung im Magnetfeld senkrecht zur Bandoberfläche die metallischen Gläser zu optimieren.

B.1 Vorversuch zur Ermittlung der benötigten Stärke des Magnetfeldes

Um die Abschätzung aus Kapitel IV.B für das erforderliche Magnetfeld zu überprüfen, wurde zuerst der Einfluß der Magnetfeldstärke auf die Ummagnetisierungsverluste bestimmt. Proben der Zusammensetzung Fe_{72} Co_6 Si_9 B_{13} wurden bei 380^{o} C 15 Minuten lang bei Feldern unterschiedlicher Stärke getempert. Abb. 35 zeigt die Abnahme der Verluste mit wachsender Feldstärke. Sie fallen dabei stetig bis zu einem Feld von 600 kA/m ab - und bleiben nach der Temperung bei größeren Feldstärken nahezu konstant. Die nachfolgend diskutierten Magnetfeldtemperungen wurden sicherheitshalber bei einem Feld von 700 kA/m durchgeführt.

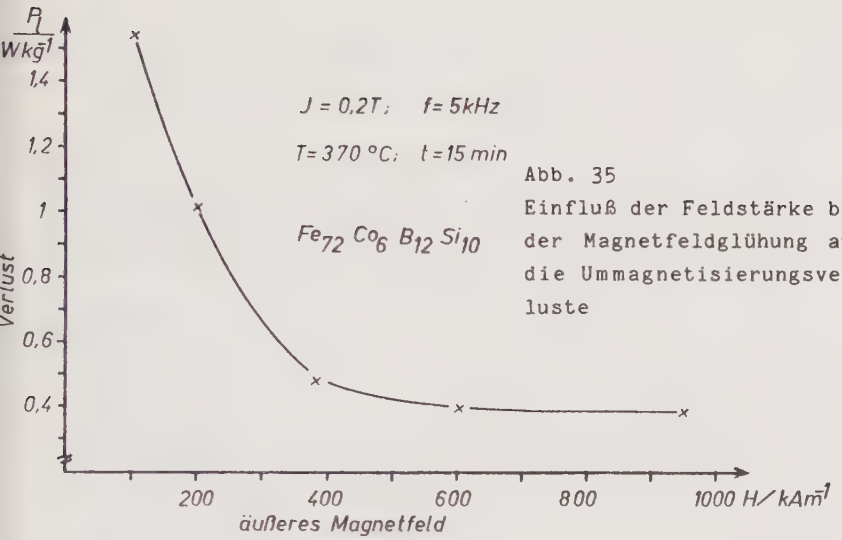


Abb. 35
Einfluß der Feldstärke bei der Magnetfeldglühung auf die Ummagnetisierungsverluste

B.2 Einfluß der Vorgeschichte auf die Wirkung der Feldtemperung

Vier Serien metallischer Gläser der Legierung Fe_{60} Ni_{20} B_{17} Si_3, wurden untersucht. Sie lassen sich folgendermaßen charakterisieren:

a) an Luft abgeschreckt, Cr-Walze

b) an Luft abgeschreckt, Cr-Walze bei 385° C, 1 h spannungsfrei geglüht

c) an Helium hergestellt, Cu-Walze

d) an Helium gespritzt, Cu-Walze bei 385° C, 1 h relaxiert.

Sie wurden gemeinsam in einem Magnetfeld senkrecht zur Oberfläche bei 280° C verschieden lang getempert (Abb. 36).

Aus den Kurvenverläufen erkennt man deutlich zwei Unter-

schiede.

a) Die höchste Permeabilität wird nur bei den spannungsfrei geglühten Proben erreicht,

b) bei den im abgeschreckten Zustand getemperten Proben tritt schon nach kurzer Zeit eine deutliche Verbesserung der Permeabilität ein, die jedoch deutlich niedriger liegt, als die der entspannten Proben.

Diese Unterschiede lassen sich mit Hilfe der Theorie des freien Volumens wie folgt erklären: Durch das relativ große freie Volumen der nicht relaxierten Proben wird die Diffusion der Eisen- bzw. Nickelatome begünstigt, so daß sich während der Magnetfeldglühung rasch eine Anisotropie in Feldrichtung einstellen kann. Eine überlange Wärmebehandlung bewirkt aber eine zu starke Anisotropie und deshalb wieder eine Abnahme der Permeabilität.

Bei den an Heliumatmosphäre hergestellten Proben begrenzen die großen inneren Spannungen, die bei der verwendeten Temperatur nur teilweise relaxieren, die Anfangspermeabilität. Der steilere Anstieg der Permeabilität der entspannten "He-Probe" ist sicher auch damit zu erklären, daß selbst nach der Entspannungstemperung noch ein größeres freies Volumen als bei der an Luft gespritzten, aber entspannten Probe vorhanden ist.

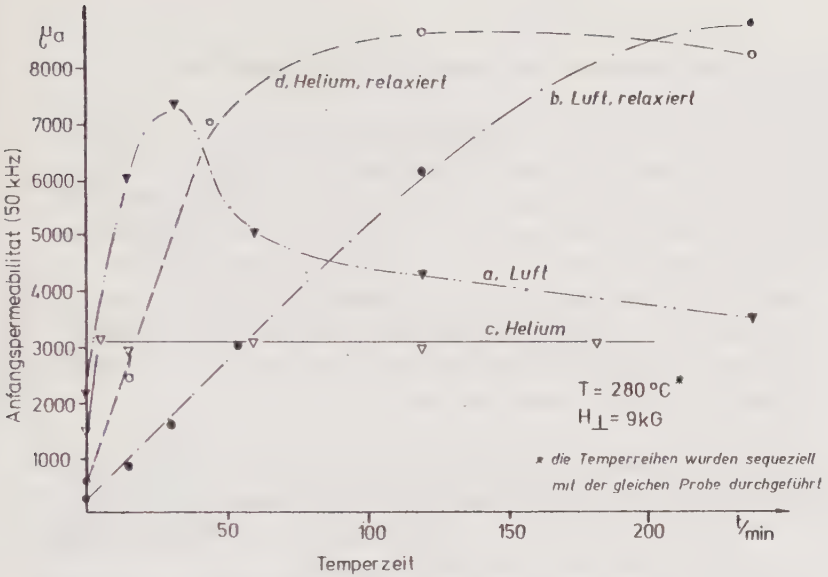


Abb. 36: Auswirkung der Entspannungstemperung auf eine anschließende Magnetfeldtemperung

Die Domänenbeobachtung bestätigt diese Aussagen; sowohl die ungetemperte und die getemperte an Luft hergestellte Probe als auch die entspannte, an Helium abgeschreckte Probe besitzt vor der Magnetfeldtemperung weite Längsdomänen, was auf einen spannungsarmen Zustand hindeutet. Bei der nicht relaxierten, an Helium gefertigten Probe fällt die magnetisch ungünstige Domänenstruktur der Spannungsmuster auf.

Nach der Magnetfeldglühung stellen sich bei allen Proben die erwünschten Streifendomänen ein; nur an der nicht relaxierten "Helium Probe" sind auch weiterhin die Spannungsmuster sichtbar. Die eingefrorenen Spannungen wurden bei der Magnetfeldtemperung nur teilweise abgebaut.

Dieser Versuch zeigt deutlich, daß nur durch eine gezielte Entspannungstemperung die guten weichmagnetischen Eigenschaften der metallischen Gläser erreicht werden können.

VIII. Optimierung der Ummagnetisierungsverluste

Wie die vorausgehenden Versuche zeigten (z. B. Abb. 34), ist es mit Hilfe der Temperung im senkrechten Magnetfeld prinzipiell möglich, die Ummagnetisierungsverluste zu reduzieren. Durch systematisches Tempern einer Reihe unterschiedlich zusammengesetzter Proben aus dem Eisen-Nickel- und dem Eisen-Kobalt-Legierungssystem wurde deshalb von uns versucht, die Ummagnetisierungsverluste zu optimieren. Den theoretischen Grenzwert stellt dabei der nach dem klassischen Modell errechnete Wirbelstromverlust dar.

Die verschiedenen Probenlegierungen gewannen wir durch Zusammenschmelzen einer eisenreichen Vorlegierung (Fe_{78} B_{13} Si_9) mit einer nickel- bzw. kobalthaltigen Vorlegierung (Fe_{62} Ni_{20} B_{18} bzw. Co_{66} Fe_4 MO_2 Si_{16} B_{12}).

Diese drei "Mutterlegierungen" wurden uns freundlicherweise von Herrn Dr. Hilzinger (Vakuumschmelze Hanau) überlassen.

Im Einzelnen hatten die Probenlegierungen folgende Zusammensetzungen:

a) Fe-Ni-Legierungen

Atomprozent

Fe	40	62	66	70	72	73	75	76,5
Ni	40	20	15	10	8	6	4	2
B	20	18	17	15,5	15	14,5	14	13,5
Si	-	-	2	4,5	5	6,5	7	8
$\frac{Ni}{Ni + Fe} \cdot 100$ %	50	24	19	12	10	8	5	2,5

b) Fe-Co-Legierungen

	Atomprozent										
Fe	4	19	33,5	41	48,5	54	60	63	69	74	75
Co	66	53	40	33	26,5	22	17	13	8	4	2
Mo	2	1,5	1	1	1	-	-	-	-	-	-
Si	16	14,5	13	12,5	11,5	11,5	11	11	10	10	10
B	12	12	12,5	12,5	12,5	12,5	12	13	13	12	13
$\frac{Co}{Co + Fe} \cdot 100$ %	94	73	54	44,5	35	29	22	17	10	5	2,6

Nach dem "Verspritzen" der Legierungen an der eigenen Anlage zerschnitten wir die erhaltenen glasartig erstarrten Bänder von ca. 40 m Länge (Querschnitt: 1,4 mm x 28 µm) in 300 mm lange Streifen.

Eine anschließende Entspannungstemperung, bei der die Streifen im vertikalen Rohrofen hängend in Wasserstoffatmosphäre eine Stunde lang bei 380° C geglüht wurden, homogenisierten die bei der Herstellung eingefrorenen inneren Spannungen.

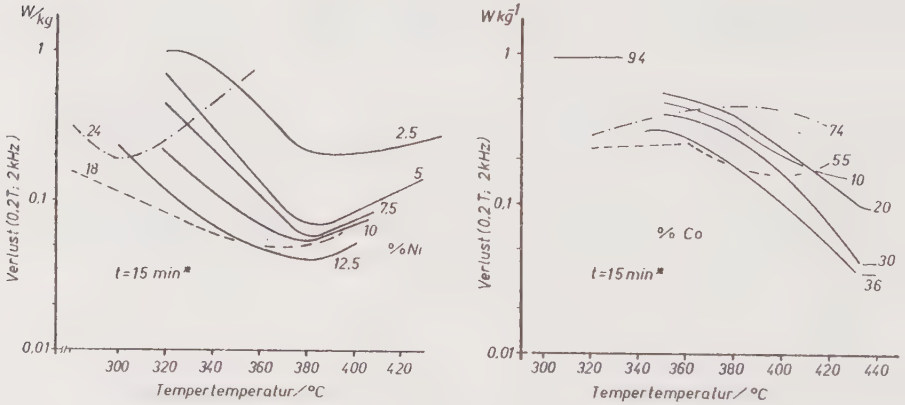
An den relaxierten Bändern erprobten wir dann die Magnetfeldglühung im senkrecht zur Probenoberfläche orientierten Magnetfeld. Jede Legierung wurde dabei an verschiedenen Temperaturen im Intervall von 280° C - 440° C getempert, um verschieden starke Anisotropien zu induzieren. Zur Erzielung möglichst gleicher Bedingungen für das Aufheizen und Abkühlen, wurde nicht eine Probe weitergetempert, sondern für jede Temperung eine neue (entspannte) Probe verwendet. Dies ist darüber hinaus noch von Vorteil, da die unterschiedlich getemperten Proben auch später noch für weitere Untersuchungen vorliegen. Das Aufheizen der Proben erfolgte ohne Magnetfeld. Erst nach Erreichen der Solltemperatur wurde das Feld eingeschaltet und nach der Abkühlung bis auf 100° C wieder ausgeschaltet. Als maximale Tempertemperatur wählten wir 440° C, da bei höheren Temperaturen sowohl die Curietemperatur erreicht wird als auch mit dem Einsatz von Kristal-

lisation zu rechnen ist. Die niedrige Curietemperatur von 350° C der magnetostriktionsfreien Legierung mit 94 % Kobalt ist auch der Grund, warum diese Legierung nur bis zu einer Temperatur von 340° C getempert wurde.

Die weiteren Parameter waren:

Temperdauer:	15 Minuten (bzw. bis 90 Min. bei der Legierung mit 94 % Kobalt)
Magnetfeldstärke:	9 kOe = 700 kA m^{-1}
Atmosphäre:	Formiergas (30 % H_2; 70 % N_2)

Eine Zusammenstellung der Ummagnetisierungsverluste für beide Legierungsgruppen gibt die nächste Grafik wieder (Abb. 37). Die Verluste wurden bei einer Frequenz von 2 kHz und einer Magnetisierung von 0,2 T gemessen.



* für jede einzelne Temperung wurde eine neue relaxierte Probe verwendet

Abb. 37: Abhängigkeit der Verluste von der Anlaßtemperatur

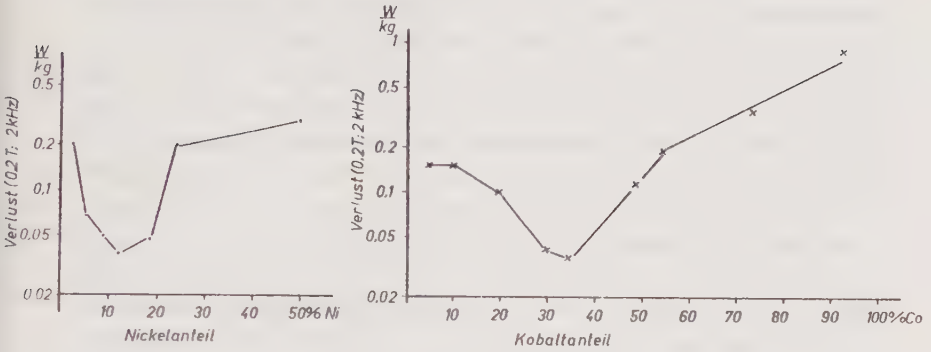


Abb. 38: Minimum der Verluste als Funktion der Legierungszusammensetzung

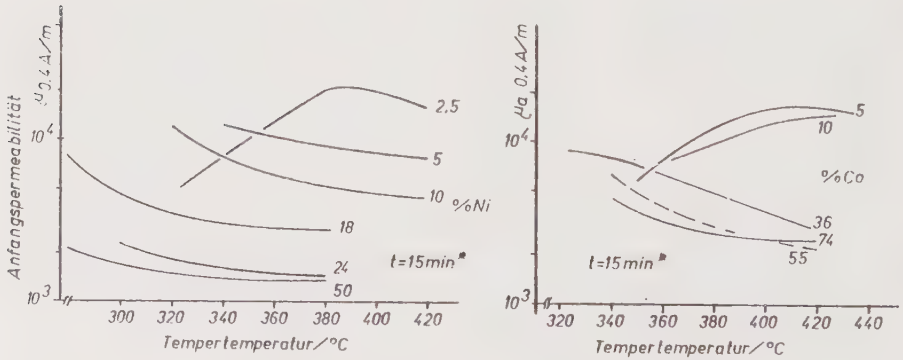
An beiden Legierungsgruppen stellt man eine große Abhängigkeit der Ummagnetisierungsverluste sowohl von der Tempertemperatur als auch von der Legierungszusammensetzung fest. Die nickelhaltigen Proben zeigen dabei ein Verlustminimum nach dem Tempern bei 360° C - 390° C. Etwas anders verhalten sich die Eisen-Kobalt-Legierungen bei denen man die niedrigsten Verluste erst nach dem Tempern bei 420° C - 430° C erreicht. Ein ähnlicher Verlauf ergibt sich, wenn man den Verlust als Funktion der Legierungszusammensetzung betrachtet. Es stellt sich dabei heraus, daß für beide Legierungsgruppen eine optimale Zusammensetzung existiert, bei der die Verluste minimal werden.

Mit den für die einzelnen Legierungen gefundenen niedrigsten Verlustwerten wurde die folgende Kurve der Verlustminima über den untersuchten Zusammensetzungsbereich gezeichnet (Abb. 38).

Aus den Kurvenverläufen erkennt man für die nickelhaltigen Legierungen ein Verlustminimum von 0,033 ± 0,006 W/kg bei einem Nickelanteil von 10 % - 2 %. Bei den kobalthaltigen Proben ist das Minimum zu einem höheren Kobaltgehalt hin verschoben. Wir ermitteln hier den niedrigsten Ummagnetisierungsverlust bei der Legierung mit 35 % Kobalt.

Vergleicht man den erzielten minimalen Verlust mit dem nach der Formel für den klassischen Wirbelstromverlust errechneten Wert ($P_{klassisch}$ = 0,018 W/kg), so stellt man fest, daß die gemessenen Werte um den Faktor 1,8 höher als die errechneten Verluste sind.

Neben den Verlusten wurde auch die Anfangspermeabilität (H = 0,4 A/m) bestimmt. Aus Abb. 39 erkennt man, daß sich für die verlustoptimierten Proben nur Permeabilitätswerte zwischen 3000 und 5000 ergeben. Die größten Werte von ca. 20.000 werden dagegen bei den Proben mit einem geringen Nickel- oder Kobaltgehalt erreicht.



* für jede einzelne Temperung wurde eine neue relaxierte Probe verwendet

Abb. 39: Verlauf der Anfangspermeabilität (1-10 kHz) als Funktion der Tempertemperatur

Wie diese Messungen zeigten, ist der Zustand minimaler Verluste nicht identisch mit dem Zustand der maximalen Anfangspermeabilität. Offenbar ist hier die Anisotropie noch zu inhomogen verteilt, so daß immer noch anomale Wirbelstromverluste auftreten. Bei den bezüglich der Verluste optimierten Proben dagegen scheint die Anisotropie zwar homogen verteilt zu sein, gleichzeitig ist die Anisotropieenergie aber so angestiegen, daß nur noch eine niedrige Rotationspermeabilität erreicht wird.

Die im nächsten Kapitel beschriebenen Versuche sollen deshalb die bei den einzelnen Temperungen erreichten Änderungen der magnetischen Eigenschaften genauer erklären.

IX. Charakterisierung der Proben

A. Verhalten der Hystereseschleife

Parallel zu den Verlustmessungen wurden sowohl die dynamische Hystereseschleife der Proben an einem Oszillografenschirm beobachtet als auch die statische Schleife registriert.

In Abb. 40 sind für drei charakteristische Legierungen, zwei nickelhaltige (mit 5 und 10 % Nickel) und eine magnetostriktionsfreie kobaltreiche Legierung, die statischen Hystereseschleifen nach Magnetfeldglühungen bei verschiedenen Temperaturen gegenübergestellt. Zum Vergleich wurden zusätzlich noch die "dynamischen" und die "statischen" Schleifen bei einer geringeren Aussteuerung aufgezeichnet (J_{max} = 0,2 T).

Nach Magnetfeldtemperungen bei niedrigeren Temperaturen fällt auf, daß die Hystereseschleife nicht geschert wurde, sondern sich ein weiter Einmündungsbereich in die Sättigung gebildet hat, während der innere Teil der Schleife noch steil verläuft. Erst mit steigender Tempertemperatur wird auch dieser mittlere Ast zunehmend geschert. Nach der Feldtemperung bei 380° C ist z. B. bei der Probe mit 10 % Nickel die steile, innere Schleife verschwunden; die Kurve verläuft jetzt stetig bis zur Sättigung. Glühungen bei noch höheren Temperaturen bewirken nur noch eine weitere Scherung der Hystereseschleife. An allen beobachteten Schleifen ist ausserdem die Öffnung der Hystereseschleife vor der Einmündung in die Sättigung auffällig. Sie deutet auf einen zusätzlichen, irreversiblen Prozeß bei der Einmündung in die Sättigung hin. Darüber hinaus stellt man eine leichte Ausbuchtung (gut zu sehen bei der Ni_4 Probe nach der Temperung bei 380° C) am rücklaufenden Ast der Schleife fest, welche für Keimbildungsvorgänge typisch ist.

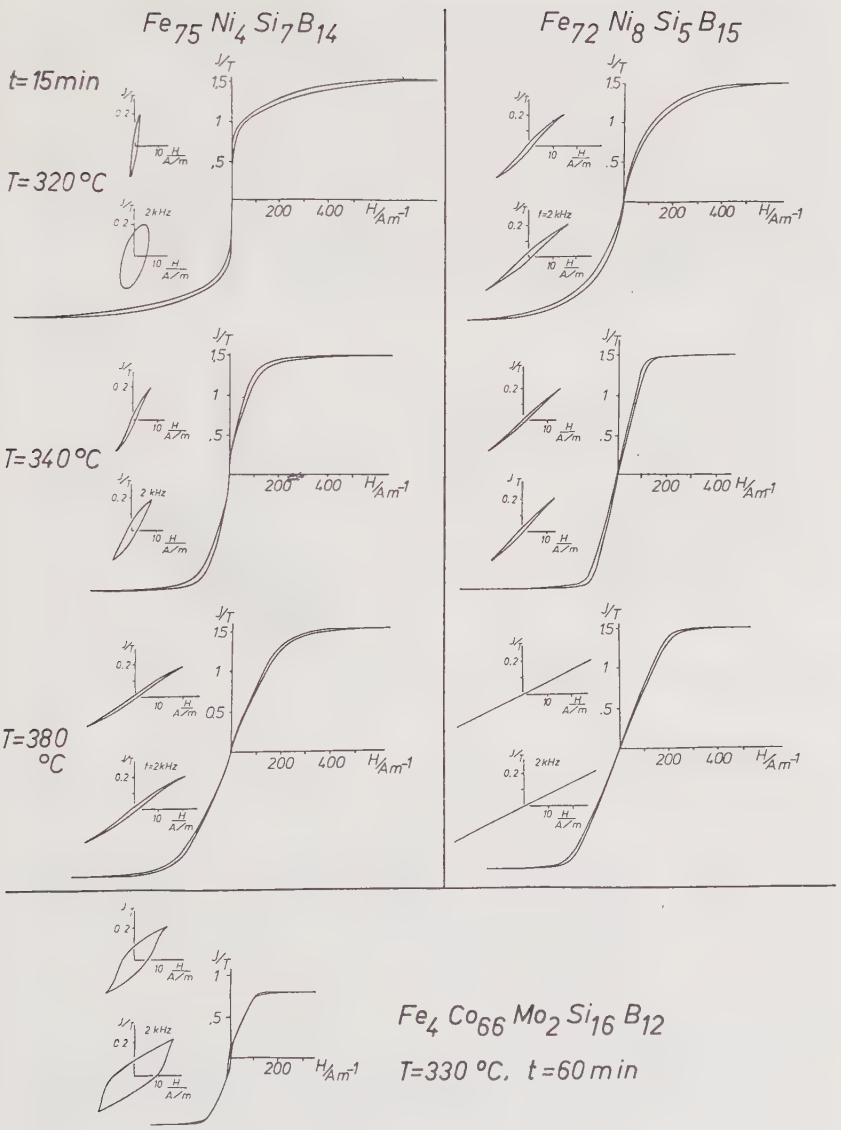


Abb. 40: Veränderung der Hystereseschleife nach der Temperung an verschiedenen Temperaturen.

Dieses Verhalten, das auch bei den kobalthaltigen Legierungen bis zu einem Kobaltanteil von ca. 60 % zu beobachten war, ändert sich bei kobaltreicheren Proben mit niedrigen Magneotstriktionskonstanten. Hier beobachtet man immer eine ausgeprägte, innere Hystereseschleife. Nach Entmagnetisieren und anschließendem Magnetisieren stellt man fest, daß bei kleinen Feldern die Hystereseschleife noch nicht aufgespalten ist, sondern sich erst ab einem kritischen Feld bzw. einer kritischen Induktion öffnet (Abb. 41 a).

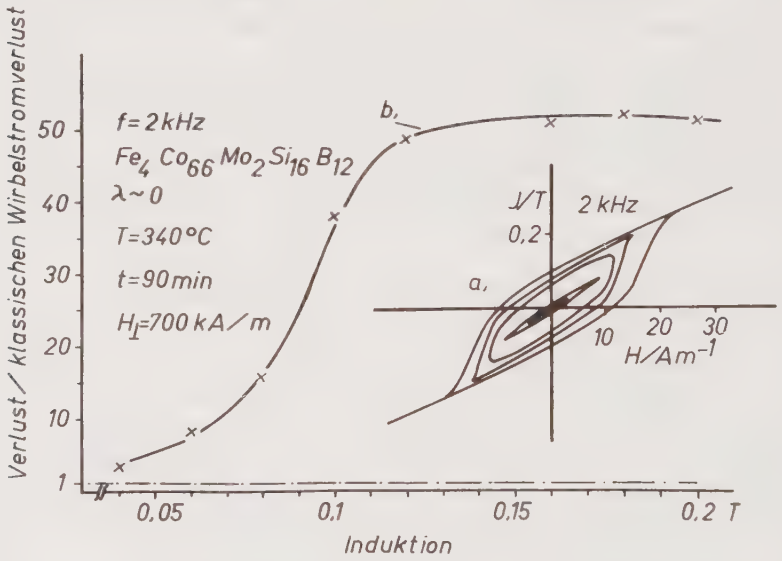


Abb. 41: "Öffnen" der Hystereseschleife (a) und Abhängigkeit der Verluste von der Induktion (b) (Die Verlustmessungen wurden von Herrn R. Schäfer /47/ durchgeführt).

Diese Beobachtung, die auch von de Wit /48, 49/ beschrieben wurde, läßt darauf schließen, daß sich auch der Ummagnetisierungsverlust beim Überschreiten der kritischen Werte drastisch vergrößert. Abb. 41 b zeigt die Abhängigkeit des Verlusts als Funktion der Induktion. Man erkennt deutlich,

daß ab einer Induktion von 0,08 T die Ummagnetisierungsverluste überproportional ansteigen.

B. Reversibles Verhalten der Magnetisierungskurven

Um die beobachtete Veränderung der Form der Hystereseschleife auch quantitativ zu beschreiben, wurde wieder die Anisotropieenergie als Fläche über der Schleife bestimmt und dabei in einen homogenen und einen inhomogenen, über das Probenvolumen verteilten Anteil zerlegt.

Ist die Hystereseschleife z. B. stark "S"-förmig, bedeutet dies, daß im Material noch Bereiche vorliegen, die leichter zu magnetisieren sind als andere - die Anisotropie somit inhomogen verteilt ist. Bei einem metallischen Glas mit einer homogenen Anisotropieverteilung dagegen erscheint die Hystereseschleife "geschert", mit einem linearen Anstieg bis zur Sättigung.

Diese Überlegung läßt sich an dem in Abb. 42 dargestellten Beispiel gut verdeutlichen:

Die Kurven "a" und "b" zeigen die statisch aufgezeichneten Schleifen einer entspannten Probe mit einer kleinen Anisotropieenergie (a) und einer im senkrechten Feld getemperten Probe mit einer relativ großen, homogen verteilten Anisotropieenergie (b). Durch gemeinsames Magnetisieren beider Proben läßt sich somit das Verhalten einer inhomogenen Anisotropieverteilung simulieren. Abb. 42 zeigt die erhaltene S-förmige Hystereseschleife. Der steile, innere Teil der Kurve entspricht dabei der entspannten Probe, während der Anstieg bis zur Sättigung von der feldgetemperten Probe herrührt.

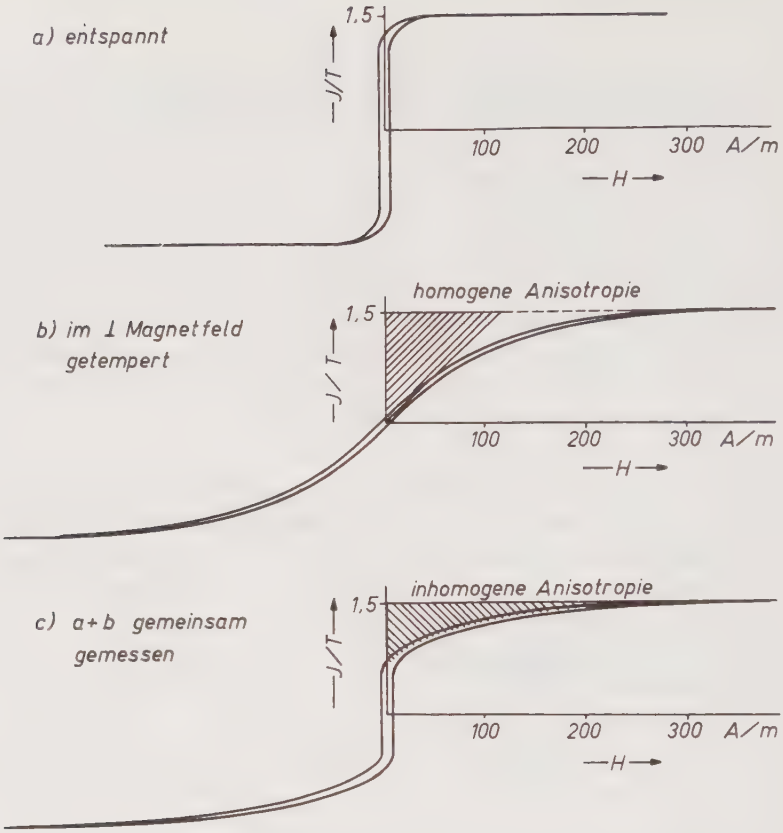
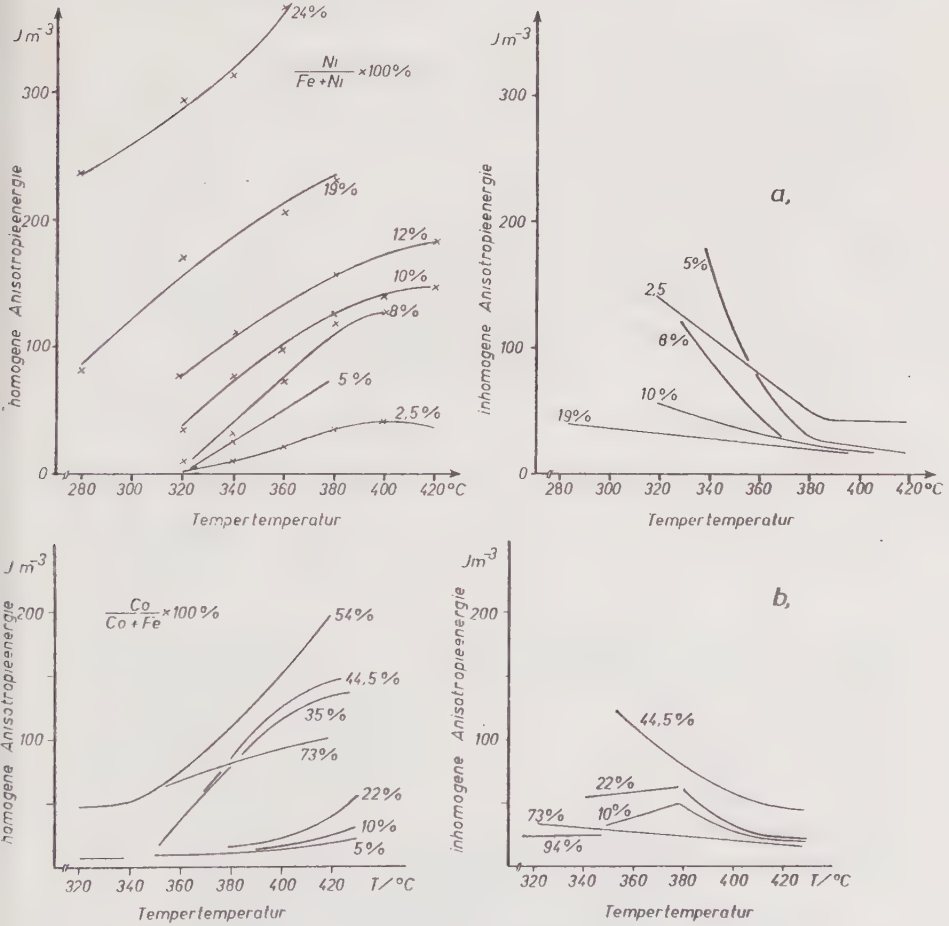


Abb. 42: Überlagerung einer entspannten Probe (a) und einer Probe mit einer einachsigen, senkrechten Anisotropie (b)

Den homogenen Anisotropieanteil kann man somit aus der Dreiecksfläche über der Hystereseschleife bestimmen, die von der Y-Achse und einer Geraden aufgespannt wird, die die Steigung der Hystereseschleife im Ursprung bis zur Sättigung hin verlängert. In Abb. 43 ist der Verlauf der erzielten homogenen bzw. inhomogenen Anisotropieenergie für die Eisen-Nickel- und die Eisen-Kobalt-Gläser nach der Magnetfeldglühung bei verschiedenen Temperaturen abgebildet.

Man sieht deutlich, daß für beide Legierungsgruppen der homogene Anteil der Anisotropie mit steigender Temperatur zunimmt, während der inhomogene Anteil bis auf 15-30 Ws/m^2 abnimmt; dabei werden bei den Eisen-Nickel-Legierungen wesentlich höhere homogene Anisotropieenergien gefunden, als bei den Eisen-Kobalt-Proben.



Temperdauer: 15 min; für jede einzelne Temperung wurde eine neue relaxierte Probe verwendet

Abb. 43: Einbau der senkrechten Anisotropie im Verlauf der Temperung (a. Eisen-Nickel-Legierungen, b. Eisen-Kobalt Legierungen)

Aus den Abb. 43 a und b wurde für zwei verschiedene Tempertemperaturen der Verlauf der homogenen und der inhomogenen Anisotropieenergie als Funktion der Legierungszusammensetzung konstruiert (Abb. 44 a, b).

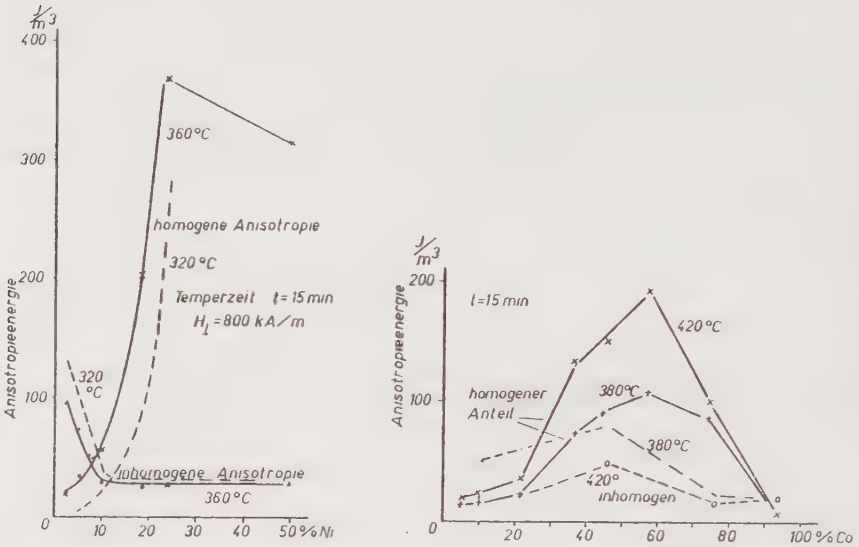


Abb. 44: Verlauf der homogenen und der inhomogenen Anisotropieenergie als Funktion des Nickel- bzw. Kobaltgehalts

Bei den untersuchten Fe-Ni-Proben sieht man, wie im Bereich von 2 -25 % Nickel die homogene Anisotropieenergie von 20 auf 370 J/m^3 ansteigt und dann infolge der herabgesetzten Sättigungsmagnetisierung bei der Fe_{40} Ni_{40} B_{20} Probe wieder auf 320 J/m^3 zurückgeht. Dieser Verlauf der Anisotropieenergie wurde auch von Luborsky /46/ an quer zur Bandrichtung getemperten Fe-Ni-Gläsern gefunden.

Anders verhalten sich die kobalthaltigen Legierungen: hier nimmt bis ca. 20 At % Kobalt die Anisotropie nur leicht zu. Erst bei einem größeren Kobaltanteil und bei höheren Temperaturen ist ein deutlicher Anstieg der Anisotropieenergie zu

messen. Die maximale Anisotropieenergie dieser Legierungsgruppe wird bei der Zusammensetzung $Fe_{41}\ Co_{33}\ Mo_1\ Si_{12,5}\ B_{12,5}$ erreicht, also bei Legierungen mit ungefähr gleichem Eisen- und Kobaltanteil. Ein noch höherer Kobaltanteil führt dann auch bei diesen Legierungen zu einem Abfall der induzierten Anisotropie.

Eine weitere interessante Auftragung stellt die Anisotropieenergie der bezüglich des Verlustes günstigsten Proben über dem Nickel- und Kobaltgehalt dar (Abb. 45). Man erkennt sowohl bei den nickelhaltigen - als auch bei den kobalthaltigen Legierungen, daß das absolute Verlustminimum von den Legierungen erzielt wird, die eine Anisotropieenergie von 120 - 150 J/m^3 aufweisen. Bei den Proben, die links der optimalen Zusammensetzung liegen, ist offenbar das Verhältnis von homogener zu inhomogener Anisotropie zu ungünstig, um die anomalen Verluste zu verhindern.

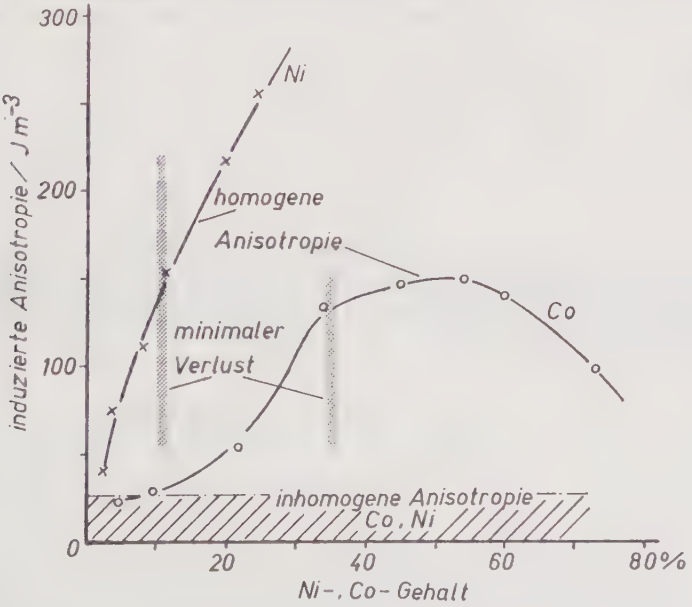


Abb. 45: Induzierte Anisotropie der einzelnen verlustoptimierten Legierungen

C. Einfluß der statischen Hystereseverluste - Bestimmung der Anomaliefaktoren

Beim Vergleich der bis zu einer Magnetisierungs von 0,2 T ausgesteuerten statischen und dynamischen Hystereseschleife (Abb. 40) fällt auf, daß nach der Temperung bei 320° C die dynamisch bei 2 kHz gemessene Schleife eine deutlich größere Fläche umschreibt, als die quasi-statisch aufgezeichnete Schleife. Nach dem Tempern bei höheren Temperaturen beobachtet man bei beiden Schleifen eine Verringerung der Flächeninhalte - gleichzeitig findet auch eine Annäherung der Fläche der dynamischen Hystereseschleife an die der quasistatisch gemessenen statt.

Dieses Verhalten läßt sich durch den zunehmend homogenen Einbau der Anisotropie- und den damit verbundenen steigenden Anteil der Rotationsmagnetisierung erklären. Dabei verringert sich der Einfluß von Haftzentren, was sich in der kleineren Fläche der Hystereseschleife ausdrückt. Die gleichzeitige Annäherung der Flächeninhalte weist auf die zusätzlich erzielte Verringerung der anomalen Wirbelstromverluste hin, die durch die homogenere Magnetisierung erzielt wird.

Aus diesen Beobachtungen folgt, daß für die Beschreibung der Magnetisierungsverluste, besonders bei höheren Ummagnetisierungsfrequenzen, die Hystereseverluste nicht mehr zu vernachlässigen sind.

Die Fläche der statischen Hystereseschleifen wurden deshalb ausplanimetriert, um daraus die Hystereseverluste zu bestimmen.

In Abb. 46 sind für drei Beispiele der Zusammenhang zwischen Magnetisierungsverlust, klassischem Wirbelstromverlust und Hystereseverlust dargestellt.

Beispiel 1 (Abb. 46 a) zeigt die Bilanz der einzelnen Verlustterme für eine Temperreihe der Legierung mit 10 % Nikkel. Der Kurvenverlauf bestätigt die beim Beobachten der Hystereseschleife gewonnene Aussage. Während bei der bei niedriger Temperatur getemperten Probe der anomale Wirbelstromverlust den wesentlichen Anteil zu den Verlusten liefert, sinkt mit zunehmendem Einbau der senkrechten Anisotropie dieser Verlustanteil. Bei der optimal getemperten Probe ist der anomale Verlust fast verschwunden und man erhält einen Anomaliefaktor von 1,1 - 1.

Der Gesamtverlust setzt sich somit nur noch aus dem Hystereseverlust und dem klassischen Wirbelstromverlust (= 0,0017 W/kg) zusammen. Der erneute Anstieg des Verlustes nach den Temperungen an höheren Temperaturen ist mit der gleichzeitigen Vergrößerung der Hystereseverluste korreliert.

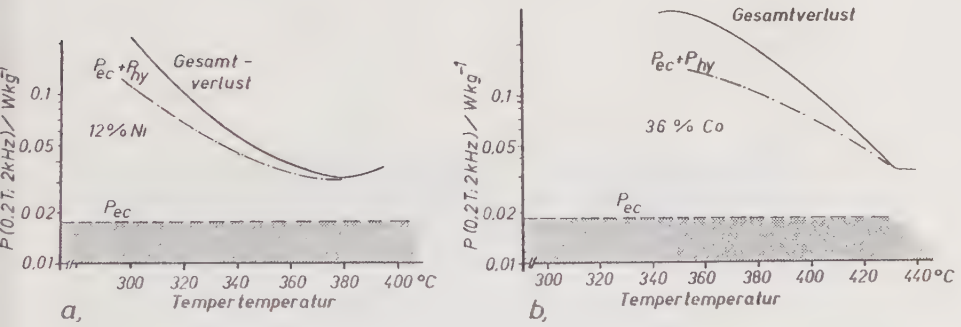


Abb. 46 a: Verlustbilanz von Proben mit 12 % Nickel (a) und 35 % Kobalt (b)

Ein ähnliches Bild ergibt sich im zweiten Beispiel (Abb. 46 b), das die Verlustaufteilung der jeweils verlustminimierten

Proben über die Legierungszusammensetzung zeigt. Auch hier ergibt sich ein hoher anomaler Wirbelstromverlust bei den Legierungen links der optimalen Zusammensetzung. Bei den Proben rechts des Optimums ist der Verlustanstieg bei den nickelhaltigen Proben auch mit dem Anstieg der Hystereseverluste verbunden.

Der Verlustanstieg der kobaltreichen Proben dagegen ist mit dem Auftreten einer inneren steileren Hystereseschleife verbunden. Diese innere Schleife, die mit wachsendem Kobaltanteil immer ausgeprägter wird, bewirkt sowohl einen erhöhten Hystereseverlust als auch anomale Wirbelstromverluste.

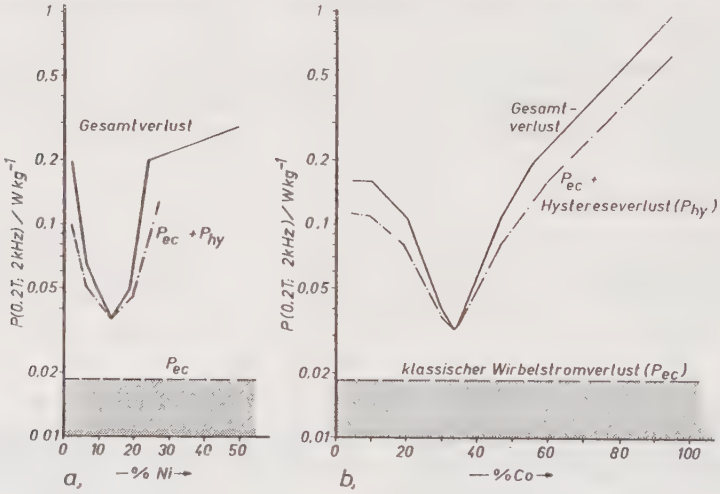


Abb. 46 b: Verlustbilanz der optimierten Proben
a) nickel-, b) kobalthaligte Legierungen

Der Einfluß dieser inneren Schleife, welche sich, wie man bei den magnetostriktionsfreien Legierungen sah, erst ab einer kritischen Magnetisierung öffnete, wird im nächsten Beispiel deutlich (Abb. 46 c). In die schon in Abb. 41 gezeigte Verlustkurve wurden zusätzlich noch die Hystereseverluste und der klassische Wirbelstromverlust eingezeichnet. Man erkennt deutlich, wie die Hystereseverluste beim

Aussteuern über ca. 0,06 T hinaus überproportional ansteigt; parallel zu den Hysereseverlusten beobachtet man auch einen Sprung des Anomaliefaktors von ca. 4 auf 10 beim Überschreiten einer Induktion von 0,08 T.

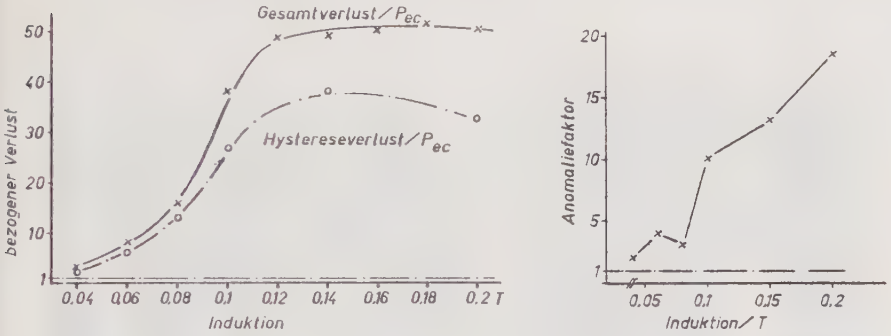


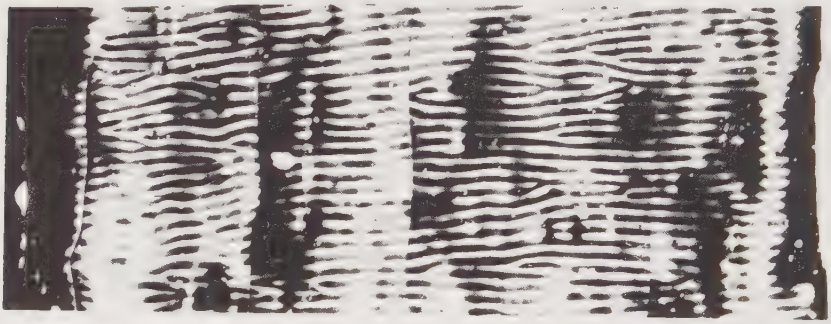
Abb. 46 c: Bilanz der magnetostriktionsfreien Legierungen als Funktion der Induktion

D. Domänenstruktur metallischer Gläser nach der Temperung im Magnetfeld senkrecht zur Bandoberfläche

In diesem Kapitel soll durch die Domänenbeobachtung hauptsächlich das anomale Verhalten der kobaltreichen Legierungen aufgeklärt werden und die Abhängigkeit der Domänenstruktur von der Größe der Magnetostriktionskonstanten gezeigt werden.

An metallischen Gläsern der Eisen-Nickel- bzw. der eisenreichen Eisen-Kobalt-Legierungen mit relativ großen Magnetostriktionskonstanten sieht man nach mechanischem Entmagnetisieren durch Schütteln der Probe eine Domänenstruktur aus ineinander verschlungenen Streifendomänen, wie sie auch von den einachsigen Granatschichten bekannt sind. Nach Magnetisieren und anschließendem Entmagnetisieren in einem Wechsel-

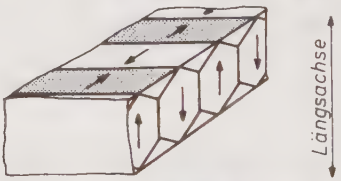
feld parallel zur Längsachse der Probe, hat sich das zuerst regellose Muster geordnet und wir sehen jetzt Streifendomänen, die senkrecht zur Kante des Bandes ausgerichtet sind. Beobachtungen an der Vorderseite und der Rückseite des Bandes zeigen dabei das gleiche Domänenbild (Abb. 47).



Oberseite

$Fe_{70}\,Ni_{10}\,Si_5\,B_{15}$
$T=390°C;\ t=15min;\ H_\perp=700\,kA/m$

0.1mm



Rückseite

Abb. 47: Streifendomänen der Vorder- und Rückseite

Anders verhalten sich die fast magnetostriktionsfreien Legierungen, hier sind die Streifendomänen immer parallel zur Bandlängsachse ausgerichtet. Legierungen mit kleinen Magnetostriktionskonstanten ($\lambda_s \approx 15 \cdot 10^{-6}$) weisen ein Übergangsverhalten von Längs- zu Querstreifen, je nach Größe von λ_s, auf (siehe auch Abb. 50).

Diese Beobachtungen, die einen deutlichen Einfluß der Magnetostriktionskonstanten auf das Domänenmuster zeigen, lassen sich mit den von Hubert /50/ 1967 an einachsigen Kobaltkristallen gewonnenen Ergebnissen gut erklären:

Bei einer streufeldfreien Domänenanordnung wird die Richtung der Domänen durch das Energieminimum aus Wandenergie und magnetostriktiver Eigenenergie bestimmt. Die Lage der Domänen bei den magnetostriktionsfreien metallischen Gläsern stellt sich damit so ein, daß die Wandenergie minimal wird. Energetisch günstig ist aber eine Orientierung der Blochwand parallel zum magnetischen Feld, da dann der Magnetisierungsvektor in Wandmitte auch parallel zur Feldrichtung orientiert ist. Die Streifendomänen stellen sich - wie man auch durch ein in der Probenebene drehbares Feld zeigen kann - immer in Richtung der effektiv wirkenden Felder ein (Abb. 48).

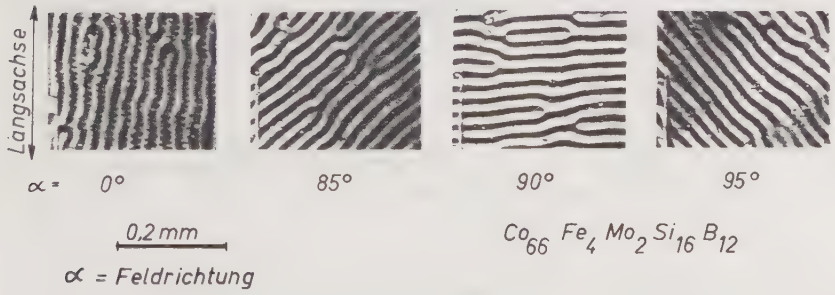


Abb. 48: Ausrichten der Streifendomänen in Richtung des effektiv wirkenden Feldes

Bei den Legierungen mit hinreichend großen, positiven Magnetostriktionskonstanten wird dagegen eine Richtung senkrecht zum Feld eingenommen, da in diesem Fall noch die Wirkung der magnetostriktiven Eigenenergie berücksichtigt werden muß. Abb. 49 zeigt den Schnitt einer Probe mit einem Domänenmuster parallel - und quer zur Längsachse. Wenn die einzelnen rechteckigen Volumenteile frei wären, würden sie sich durch die Magnetostriktion in die übertrieben gezeichneten Rauten deformieren. Bei einer Domänenanordnung senkrecht zum Feld passen nun diese Rauten, wenn man sie etwas gegeneinander dreht, wieder zusammen. Das Band ist dann homogen in seinem optimalen Verzerrungszustand (Abb. 49 b).

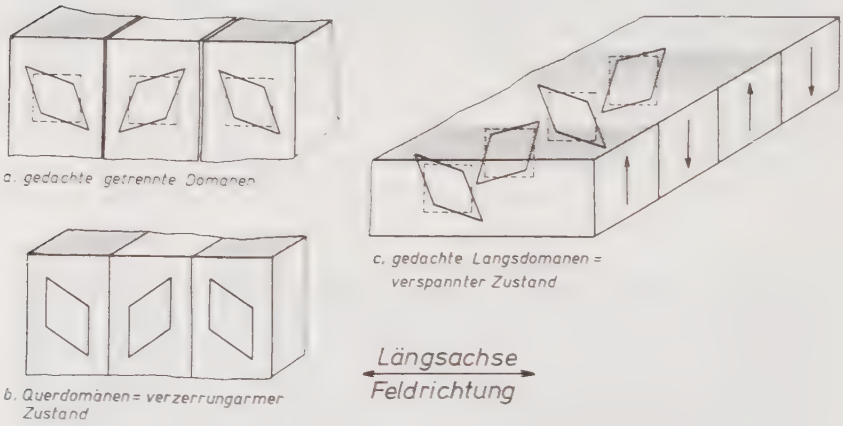


Abb. 49: Erklärung zur magnetostriktiven Eigenenergie von Streifendomänen

Liegen die Domänen aber parallel zum Feld (Abb. 49 c), so kann sich dieser Verzerrungszustand nicht ungehemmt ausbilden. Durch die unterschiedlich gerichtete Magnetisierung in

den Domänen sind die Rauten gegeneinander verzerrt, so daß es zu einer Scherspannung zwischen den einzelnen Domänen kommt. Diese Scherung läßt sich auch nicht durch eine Drehung der Rauten umgehen. Das metallische Glas erhält dadurch relativ zu dem entspannten Zustand eine Eigenenergie. Falls dieser Energieterm größer ist als der Bedarf an zusätzlicher Wandenergie für eine Anordnung der Streifendomänen in Querrichtung, stellt sich das beobachtete Domänenmuster mit Streifendomänen senkrecht zur Längsrichtung des Bandes ein.

Um den Zusammenhang zwischen der Magnetostriktionskonstanten, dem Domänenmuster und dem Magnetisierungsverhalten (Hystereseschleife) zu verifizieren, untersuchten wir den Magnetisierungsprozess an vier kobaltreichen Legierungen mit ansteigender Magnetostriktionskonstanten. Neben der schon bekannten magnetostriktionsfreien Legierung (Probe a) verwendeten wir noch die drei folgenden Zusammensetzungen:

Probe b: $Co_{66}\ Fe_{11}\ Mo_2\ Si_{15}\ B_{13}$; $\lambda_s \approx 9 \cdot 10^{-6}$
Probe c: $Co_{53}\ Fe_{19}\ Mo_1\ Si_{15}\ B_{12}$; $\lambda_s \approx 15 \cdot 10^{-6}$
Probe d: $Co_{40}\ Fe_{34}\ Mo_1\ Si_{13}\ B_{12}$; $\lambda_s \approx 22 \cdot 10^{-6}$

In Abb. 50 sind für diese vier Proben die statischen Hystereseschleifen mit den dazugehörigen, bei verschieden großer Magnetisierung fotografierten Domänenbildern zusammengestellt.

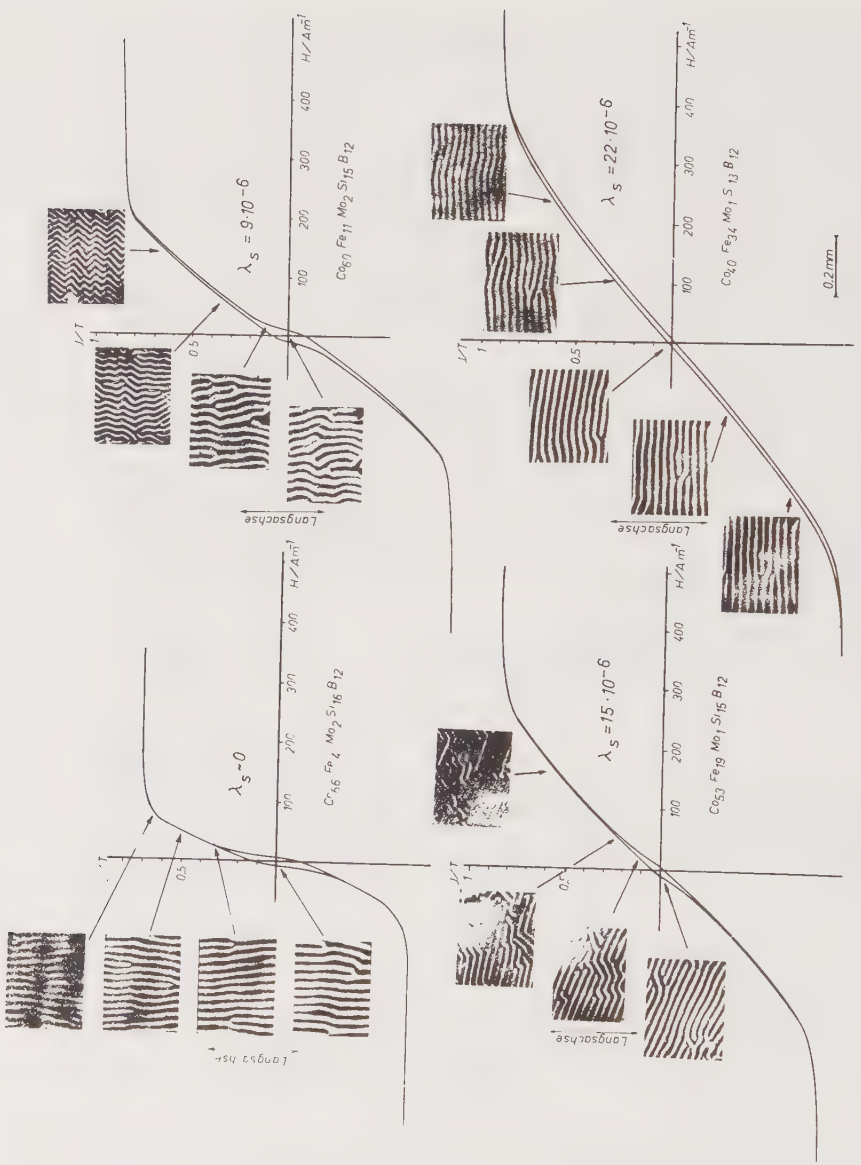


Abb. 50: Zusammenhang von Hystereseschleife und Domänenmuster bei Proben mit unterschiedlichen Magnetostriktionskonstanten

Bei der magnetostriktionsfreien Probe (Abb. 51), sieht man wieder die ausgeprägte innere Schleife und die in Bandlängsrichtung liegenden Streifendomänen. Während der Magnetisierung bleiben diese Streifendomänen bis kurz vor der Sättigung in der Form nahezu unverändert, nur der Kontrast zwischen den hellen und den dunklen Streifen wird schwächer. Diese Beobachtungen legen die Vermutung nahe, daß z. B. durch die Blochwände eine Magnetisierungskomponente in Bandlängsrichtung vorhanden sein müßte. Um diese Vermutung zu klären, orientierten wir die Probe zuerst so im Mikroskop, daß die Einfallsebene des Lichtes senkrecht zur Probenlängsachse lag. Nach dem Einstellen von Polarisator und Analysator auf maximalen Kontrast - wir beobachteten jetzt Streifendomänen, die parallel zum Band ausgerichtet sind (Abb. 51 a, b) - drehten wir die Probe um 90^{o} (d. h. die Einfallsebene des Lichtes verläuft jetzt senkrecht zur Magnetisierung der Abschlußbereiche). Das jetzt sichtbare komplizierte, "reißverschlußartige" Domänenmuster gibt die Komponenten der Magnetisierung wieder, die parallel zur Bandlängsachse orientiert sind. Aus dieser Beobachtung kann man dann das in Abb. 51 c vereinfacht gezeichnete Domänenbild konstruieren. Auch die kritische Feldstärke, ab der sich die Hystereseschleife öffnet, läßt sich mit dieser Längskomponente korrelieren, da man ab dieser Feldstärke ein Umklappen des Kontrastes dieser Längskomponenten beobachten kann. Dieser Umschaltprozess (Abb. 52) ist somit für die innere Hystereseschleife und den hohen Verlust der magnetostriktionsfreien Proben verantwortlich.

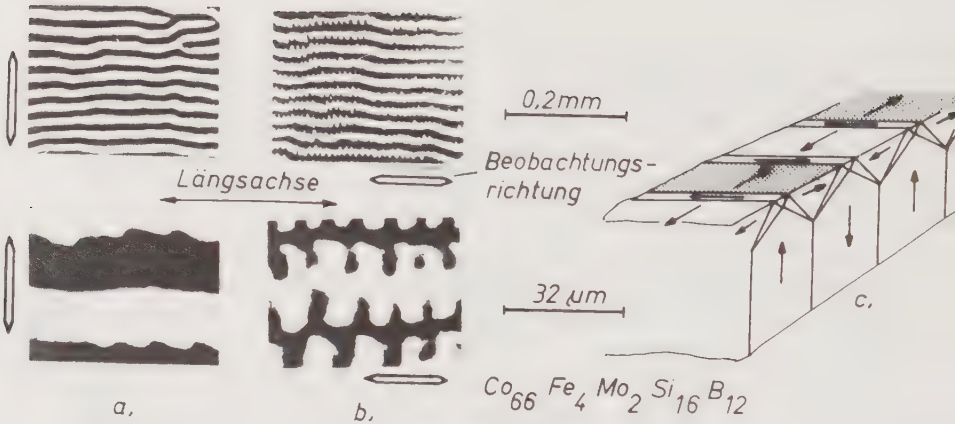


Abb. 51: Abschlußdomänen (sog. "Reißverschlußdomänen") beobachtet in zwei verschiedenen Orientierungen (a und b). Die Bilder zeigen, daß in den Abschlußdomänen eine Längskomponente der Magnetisierung existiert, wie sie in etwa im Modell c) dargestellt ist.

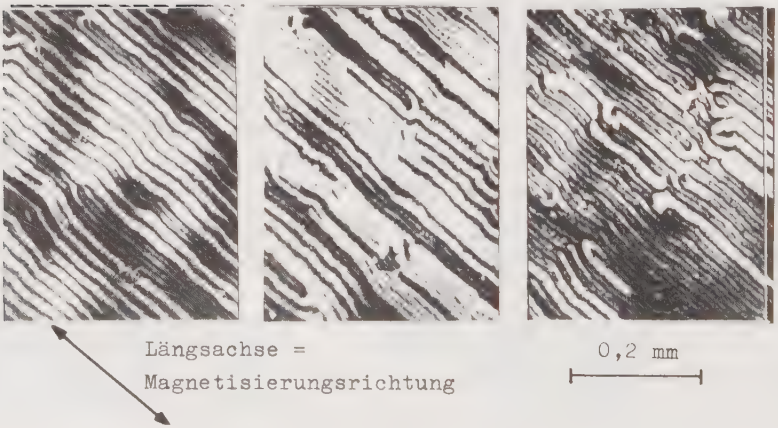


Abb. 52: Die drei Abbildungen zeigen drei verschiedene, partiell entmagnetisierte Zustände. Man erkennt ein Umklappen der Längskomponenten in den Abschlußdomänen. Dieses Umklappen führt zur Erhöhung der Verluste bei den magnetostriktionsfreien Proben.

Bei der $Co_{66}\,Fe_{11}\,Mo_2\,Si_{15}\,B_{12}$ Legierung (λ_s ca. $6 \cdot 10^{-6}$) z. B. sind die Domänen im entmagnetisierten Zustand noch vorzugsweise parallel zum Band angeordnet und auch die innere Schleife ist deutlich ausgebildet (Abb. 50 b). Nach Magnetisieren bis zu 1/3 der Sättigung klappen die Domänen in immer ausgeprägtere Zick-Zack-Muster um. Eine Vergrößerung der Magnetisierung bewirkt gleichzeitig ein Anwachsen der magnetostriktiven Verzerrungen. Durch eine Umorientierung der Domänen in Querrichtung lassen sich diese Verzerrungen abbauen. Das Minimum von Wandenergie und Verzerrungsenergie bildet dann das beobachtete Zick-Zack-Muster aus.

Die $Co_{53}\,Fe_{19}\,Mo_{1,5}\,Si_{14}\,B_{12}$ Legierung (λ_s ca. $13 \cdot 10^{-6}$) weist im entmagnetisierten Zustand hauptsächlich Querstreifen auf; die innere Schleife ist nur noch schwach ausgeprägt (Abb. 50 c). Beim Magnetisieren bildet sich auch bei dieser Probe Zick-Zack-Muster aus. Ab einer Magnetostriktionskonstanten $\lambda_s > 15 \cdot 10^{-6}$ ist die magnetostriktive Eigenenergie dominierend, so daß bei der $Co_{40}\,Fe_{33,5}\,Mo_1\,Si_{13}\,B_{12,5}$ Probe die Streifendomänen jetzt quer zum Band stehen. Beim Magnetisieren bleiben diese Streifenmuster bis kurz vor der Sättigung in ihrer Richtung erhalten. Die Hysteresesschleife weist bei dieser Probe keine innere Schleife mehr auf, sondern verläuft gerade bis zur Sättigung (Abb. 50 d). Dreht man diese Probe so, daß die Einfallsebene des Lichtes senkrecht zur Magnetisierungsrichtung in den Abschlußdomänen steht, so zeigt sich eine weitere schmale Domäne zwischen den Abschlußbereichen. In Abb. 53 sieht man diese Domäne deutlich als je nach Magnetisierungsrichtung weiße oder schwarze Linien, während die in Probenlängsrichtung magnetisierten Grunddomänen einheitlich grau erscheinen. Die Domänenstruktur dürfte somit das im rechten Bild skizzierte Aussehen haben. Die "Liniendomänen" stellen jedoch nur Zusatzoberflächendomänen dar, die nicht zur Magnetisierung in Längsrichtung - und damit auch nicht zu den Verlusten beitragen.

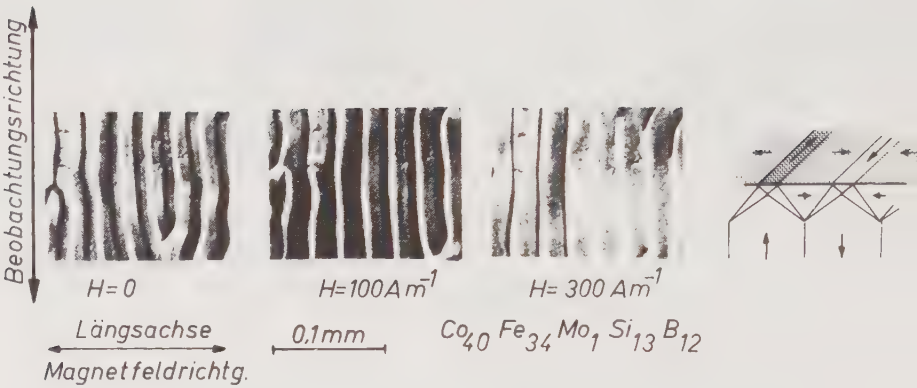


Abb. 53: Auch bei den querorientierten Streifen beobachtet man oft zusätzliche Komponenten der Magnetisierung in den Abschlußbereichen, die jedoch quer zum Band orientiert sind und sich damit nicht im Verlust auswirken.

E. Magnetooptische Untersuchung der Homogenität der Anisotropie

In den vorausgegangenen Versuchen konnte für die Legierungen mit einer kleinen Magnetostriktionskonstanten das Entstehen der Hystereseverluste und der anomalen Wirbelstromverluste qualitativ erklärt werden. Offen ist jedoch noch weiterhin die Frage nach den Ursachen der Zusatzverluste. Um mehr Licht in diese Frage zu bekommen, beobachteten wir das Magnetisierungsverhalten einzelner Proben genauer.

Einen ersten Hinweis lieferte schon die Messung der Anisotropieenergie (Abschnitt VIII. B). Hier fanden wir vor allem bei den Proben mit einer hohen Permeabilität einen verhält-

nismäßig großen inhomogenen Anisotropieanteil. Die dadurch bedingte inhomogene Magnetisierung würde somit auch die anomalen Verluste erklären.

Beim Beobachten der Domänen sieht man aber bei allen Proben im entmagnetisierten Zustand ein über der Probenoberfläche einheitliches Streifendomänenmuster und man erwartet eigentlich eine homogene Anisotropieverteilung. Beim Magnetisieren der Probe jedoch, ändert sich das Bild und man sieht z. B. an der Probe mit 6 % Nickel (Abb. 54) wie sich einzelne Streifendomänen unterschiedlich weit bewegen, bzw. wie einzelne Stellen bei niedrigeren Feldern gesättigt werden als andere.

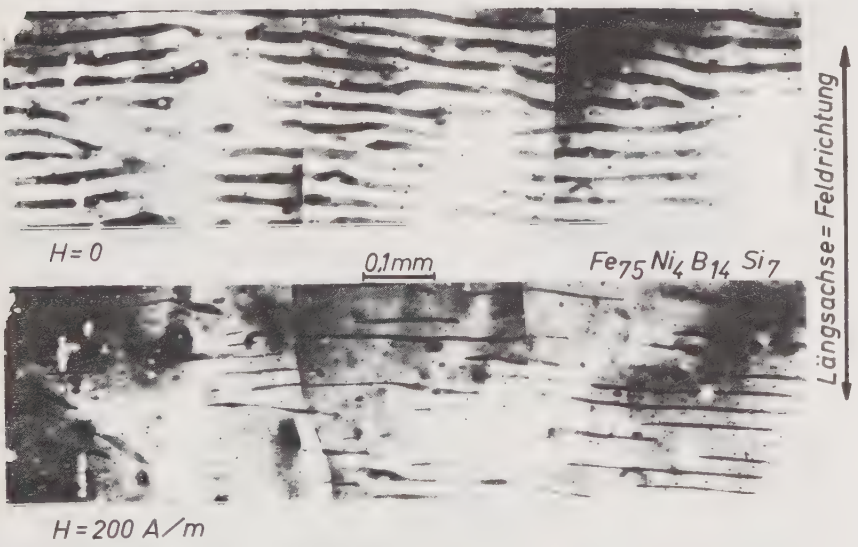


Abb. 54: Inhomogenes Verschwinden der Streifendomänen beim Magnetisieren nahe der Sättigung der Probe

Einen weiteren Hinweis liefern Zugexperimente, die an der gleichen Probe durchgeführt wurden. Hier wurde versucht, der senkrechten Anisotropie eine weitere, in Richtung der Längsachse zu überlagern. Im Domänenbild sieht man am Ausbuchten der Streifendomänen wie sich ab einer Spannung von 3,1 MN/m^2 eine Längswand im Probenvolumen andeutet (Abb. 55).

Ab einer Zugspannung von 3,7 MN/m^2 sind dann alle Streifendomänen verschwunden und man erkennt nur noch zwei in Bandlängsrichtung magnetisierte Domänen. Ein ähnliches Verhalten ergibt sich beim Messen der Ummagnetisierungsverluste als Funktion der Zugspannung. Hier beobachtet man ab einer Spannung von 2 MN/m^2 ein rapides Ansteigen der Verluste.

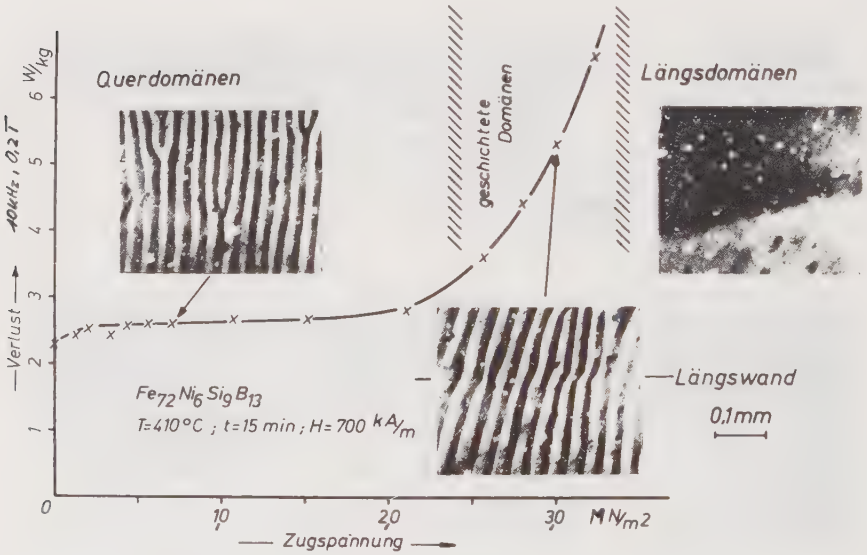


Abb. 55: Abhängigkeit der Verluste und der Domänenkonfiguration von einer angelegten Zugspannung

Ein von Petra Löffler entwickeltes Verfahren erlaubt es nun /51/, aus dem Drehwinkel einer 180° Wand beim Anlegen einer Zugspannung, bzw. aus der Zugspannung, die zur Auflösung von Spannungsmustern führt, die Anisotropie örtlich mit dem Kerrmikroskop zu messen. Mit Hilfe der zweiten Methode wurde nun versucht, aus den gemessenen Spannungen die Anisotropieenergie und deren homogenen Anteil zu bestimmen. Betrachtet man die Spannung, die zum Anstieg der Verluste führt, als die Spannung, die zur Kompensation der homogenen senkrechten Anisotropie ausreicht, so ergibt sich durch diese Messung eine homogene Anisotropieenergie von:

$$\sigma_h \lambda_s = 2 \cdot 10^6 \text{ N/m}^2 \times 30 \cdot 10^{-6} = 60 \text{ J/m}^3$$

Die maximale Gesamtanisotropieenergie läßt sich aus der Spannung berechnen, ab der keine Streifendomäne mehr zu beobachten sind.

$$\sigma_t \lambda_s = 4 \cdot 10^6 \text{ N/m}^2 \times 30 \cdot 10^{-6} = 120 \text{ J/m}^3$$

Diese Beobachtungen zeigen, daß die Anisotropieenergie nahe der Probenoberfläche größer ist als im Probenvolumen. Die Anisotropie ist somit nicht nur inhomogen über die Oberfläche verteilt, sondern liegt auch geschichtet vor.

Um diese Beobachtung zu bekräftigen, bestimmen wir die Permeabilität, die ja auch ein Maß für die Anisotropie darstellt, optisch an beiden Oberflächen und verglichen sie mit der magnetisch gemessenen Volumenpermeabilität. Abb. 56 zeigt für zwei verschiedene Proben den Verlauf der an den beiden Oberflächen gemessenen Permeabilitäten und der Volumenpermeabilität als Funktion der Magnetisierung.

Man erkennt sowohl an der bezüglich der Ummagnetisierungsverluste optimal getemperten Probe mit 12 % Nickel (T = 390° C) als auch an der bei 320° C getemperten Probe mit einer

niedrigeren Anisotropieenergie, daß die Volumenpermeabilität bis zu einer Magnetisierung von 0,8 T konstant bleibt. Die an den Oberflächen gemessenen Permeabilitäten liegen dagegen deutlich niedriger; dabei ist auch zwischen den beiden Oberflächen ein Unterschied in der Permeabilität feststellbar. Die glatte Oberseite weist dabei immer eine höhere Permeabilität auf als die rauhe Rückseite.

Jedoch drückt sich die höhere Volumenpermeabilität der an 320° C getemperten Probe auch in höheren Oberflächenpermeabilitätswerten aus.

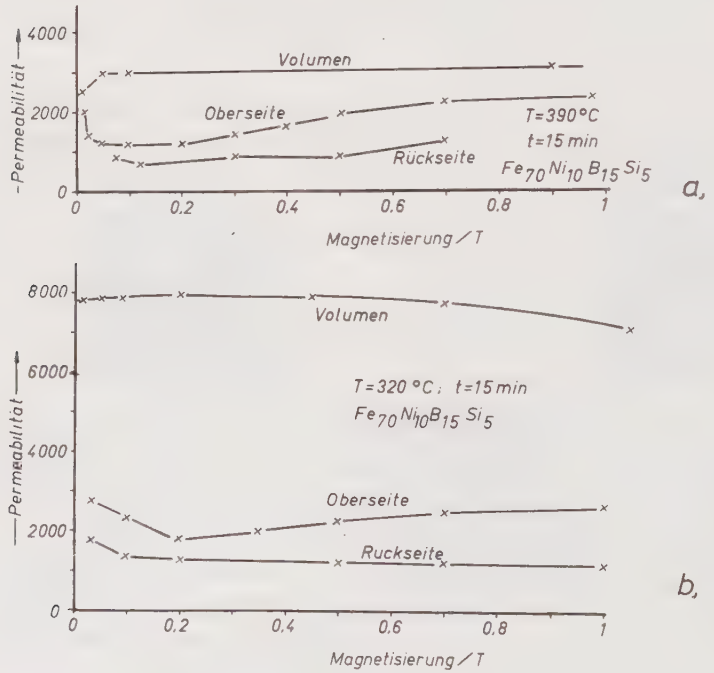


Abb. 56: Oberflächenpermeabilität im Vergleich mit der Volumenpermeabilität nach zwei verschiedenen Temperungen

a) T = 390° C (verlustoptimierter Zustand)

b) T = 320° C

Durch Verkleinern der Feldblendenapertur des Kerrmikroskops wurde anschließend erreicht, daß nur noch ein Bereich der Oberfläche von 0,3 mm Durchmesser beobachtet werden konnte. Dies ermöglicht es, die Permeabilitätsverteilung über die Probenoberfläche zu messen. Abb. 57 gibt ein typisches Relief der Permeabilität wieder. Auch diese Messung zeigt, daß die Permeabilität an der Rückseite um ca. die Hälfte niedriger ist, als an der glatten Probenoberseite. Bei den an der rauhen Scheibe gespritzten Proben fällt auf, daß die Permeabilität an der Rückseite relativ homogen verteilt vorliegt, die Vorderseite dagegen starke Schwankungen aufweist. An Proben, die auf glänzenden Scheiben gespritzt wurden, sieht man jedoch auch an der Rückseite eine stärkere Inhomogenität.

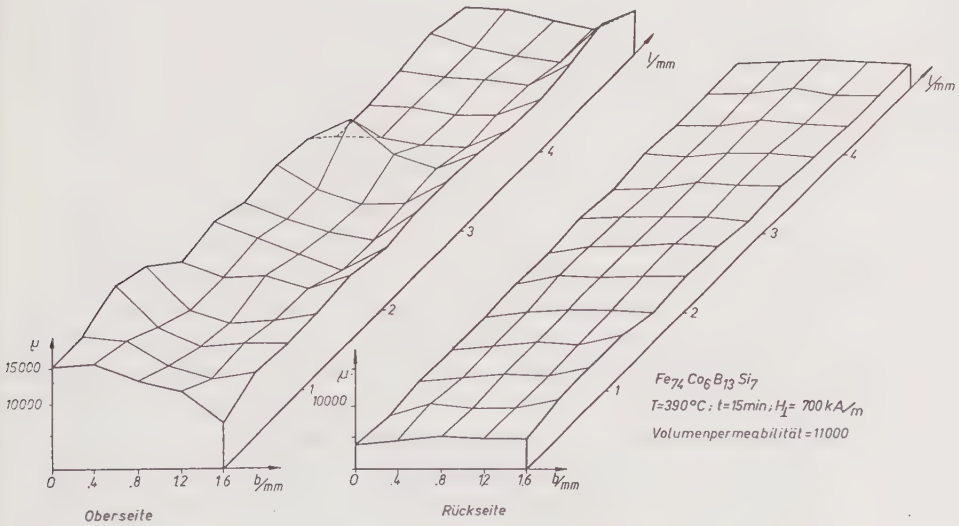


Abb. 57: Optisch gemessenes Relief der Oberflächenpermeabilität an Vorder- und Rückseite (1000 Hz, 25 A/m)

Auch von Petra Löffler wurden im Verlauf ihrer Promotionsarbeit Schwankungen der Anisotropieenergie an der Oberfläche festgestellt. An Stellen, die an der Rückseite Lunker aufweisen, fand sie z. B. eine kleinere Anisotropieenergie als an den Bereichen, die bei der Herstellung unmittelbaren Kontakt mit der Scheibe hatten.

Diese Untersuchungen zeigen, daß sich auch bei den Legierungen mit niedrigem Nickel- und Kobaltgehalt ein Zustand hoher Permeabilität und niedrigen Verlusten erreichen läßt, wenn es gelingt, z. B. durch eine verbesserte Prozessführung eine homogene Anisotropieverteilung zu erzielen.

X. Vergleich der Temperung im senkrechten Magnetfeld mit anderen Methoden der Verlustreduzierung

Wie in der Einleitung erläutert wurde, führt neben der Magnetfeldtemperung mit Feldrichtung senkrecht zur Probenoberfläche auch eine Feldtemperung mit Feldrichtung quer zum Band , bzw. eine Temperung nahe der Kristallisationstemperatur, bei den üblichen Legierungen mit positiver Magnetostriktionskonstanten zu einer senkrecht gerichteten Anisotropie und damit auch zu einer Verringerung der Verluste. Um die von uns erpobte Feldtemperung besser einschätzen zu können, wurden deshalb auch einige Proben nach diesem Verfahren getempert.

A. Kristallisationstemperung

Der Mechanismus dieser Temperung läßt sich zur Zeit wie folgt beschreiben:

Fiedler beobachtete beim Tempern von (Fe Si B C)-Legierungen sowohl getrennt an Vorder- oder Rückseite, als auch gleichzeitig an beiden Seiten, eine Oberflächenkristallisation /48/. Er fand dabei, daß Legierungen, die eine geringere Neigung zur Volumenkristallisation zeigten, hauptsächlich an der Rückseite kristallisierten. Mit dem Polarisationsmikroskop gelang es uns, an $Fe_{78}Si_9B_{13}$ Proben, die bei 450° C 45 Minuten lang angelassen waren, die Rückseitenkristallisation direkt zu beobachten. Zur Kontrastverbesserung war die Rückseite mit einer Antireflexionsschicht bedampft. Dabei sahen wir, daß zuerst immer die Stellen an der Bandrückseite kristallisierten, die bei der Herstellung in Kontakt mit der Scheibe waren, während die Oberflächen in den Gasblasen sich nicht veränderten (Abb. 58).

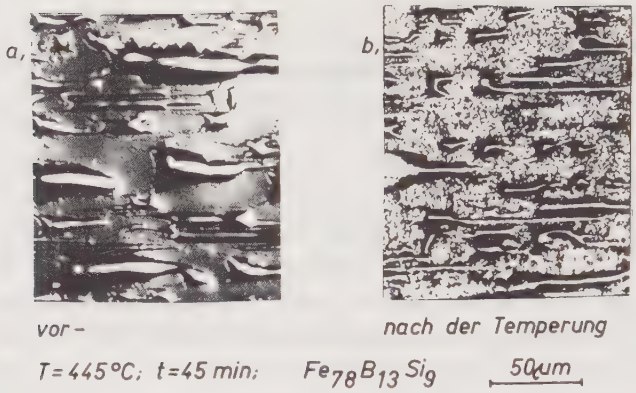


Abb. 58: Unkristallisierte Rückseite (a) und kristallisierte Rückseite (b)

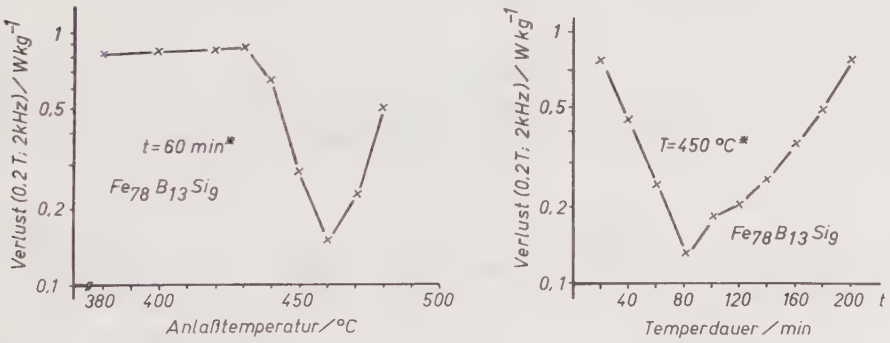
Da von verschiedenen Autoren nach der Oberflächenkristallisation Eisen-Kristallite festgestellt wurden /52, 53, 54/ dürfte als Chemismus der Kristallisation eine Änderung der Legierungszusammensetzung, genauer eine Verarmung der Oberfläche an Metalloiden, zu sehen sein. Dies führt zu einer Erniedrigung der Kristallisationstemperatur und somit zur Kristallisation der Oberfläche. Als Grund für die Verarmung sind grundsätzlich zwei Modelle möglich:

a) ein Abdampfen der Metalloide

b) eine Oxidation der Metalloide, welche zu einer Verarmung der Matrix an der Oberfläche führt.

Einen Hinweis auf die erste Möglichkeit liefert eine Veröffentlichung von Wagner /55/, die ein Abdampfen des Phosphors beim Tempern einer Fe-P-Legierung beschreibt. Wegen des hohen Dampfdruckes des Phosphors dürfte dies jedoch nur für diesen Legierungstyp gelten. Bei den Fe-Si-B-Legierungen dagegen wird stets eine Oxidation der Metalloide beobachtet /56/.

Die von uns getemperten Legierungen $Fe_{78}B_{13}Si_9$ wurden nach zwei Temperverfahren geglüht; zum einen 60 Minuten lang bei verschiedenen Temperaturen im Bereich von 400° C - 480° C und zum anderen bei einer konstanten Temperatur von 450° C mit variabler Temperzeit. Beide Temperungen wurden an Formiergasatmosphäre durchgeführt. Abb. 59 zeigt den Verlauf der Verluste während der beiden Temperungen. Man erreicht bei beiden Versuchen ein Verlustminimum (460° C und 60 Minuten Temperdauer bzw. 450° C und 90 Minuten Temperdauer) von 0,2 W/kg (0,2 T und 2 kHz).



* die gleiche Probe wurde sequenzell getempert

Abb. 59: Verlust als Funktion der Kristallisationstemperatur, bzw. der Temperdauer

B. Feldtemperung im Magnetfeld quer zum Band

Zu dieser Temperung verwendeten wir die gleiche Apparatur, wie für die "senkrechte Feldtemperung".

Es wurde lediglich der Ofen um 90° gedreht, so daß die Probe jetzt in der Probenebene magnetisiert wurde. Als Probenlegierung wurde eine $Fe_{70}Ni_{10}B_{15,5}Si_{4,5}$ Legierung verwendet.

Wie bei der Feldtemperung im senkrechten Feld temperten wir die Proben 15 Minuten lang bei verschiedenen Temperaturen. Man erreicht nach dieser Tempermethode ein Verlustminimum von 0,09 W/kg nach der Temperung bei einer Temperatur von 360° C (Abb. 60).

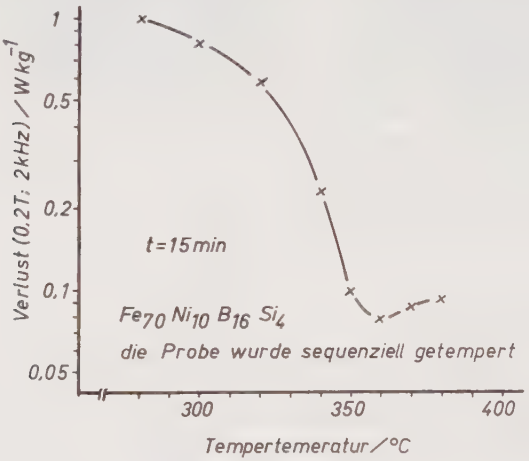


Abb. 60: Magnetfeldtemperung - Abhängigkeit des Verlustes von der Tempertemperatur

C. Vergleich der Feldtemperung im senkrechten Magnetfeld mit der Kristallisationstemperung und der Temperung im Querfeld

Vergleicht man die Ergebnisse der nach den drei untersuchten Verfahren optimierten Proben, so stellt sich die Temperung im senkrechten Magnetfeld als die günstigste Methode heraus. Bei der Magnetfeldtemperung quer zum Band sind die Verluste etwas höher, während die oberflächenkristallisierten Proben deutlich größere Ummagnetisierungsverluste aufweisen. In der folgenden Tabelle sind die wichtigsten Daten gegenübergestellt.

Tempermethode	Oberflächenkristallisation	Feldtemperung quer zum Band	senkrechte Feldtemperung
Legierung	$Fe_{78}B_{13}Si_9$	$Fe_{70}Ni_{10}B_{16}Si_4$	$Fe_{70}Ni_{10}B_{16}Si_4$
Gesamtverlust (0,2 T, 2 kHz)	0,16 ± 0,03 W/kg	0,08 ± 0,01 W/kg	0,033 ± 0,006 W/kg
Hysteresever-lust W/kg	0,05 ± 0,01	0,03 ± 0,005	0,014 ± 0,004
klass. Wirbelstromverl. W/kg		0,018	
Anomaliefaktor	ca. 6	ca. 3	ca. 1

Tab. 2: Verlustdaten von Proben, die nach drei verschiedenen Verfahren verlustoptimiert wurden

D. Ursachen der erhöhten Verluste

Anhand von Domänenbeobachtungen und Untersuchung des Magnetisierungsprozesses versuchten wir auch bei den oberflächen-

kristallisierten Proben und bei den im Querfeld getemperten Bändern, die Ursache für die Verluste zu finden.

i. Bei den oberflächenkristallisierten Proben fällt auf, daß die Hystereseverluste einen großen Anteil am Gesamtverlust ausmachen.

Durchfährt man die Hystereseschleife, so sieht man, daß die erhöhten Hystereseverluste hauptsächlich durch das Anwachsen der Koerzitivfeldstärke verursacht wurde. Diese Beobachtung deutet auf Haftzentren hin, die durch die Oberflächenkristallisation entstanden sind und den Magnetisierungsprozess behindern. Diese Vermutung wird auch durch die Domänenbeobachtung gestützt. Auf der glatten Probenoberseite sah man zwar die erwarteten Streifendomänen mit Orientierung quer zum Band, doch waren neben diesen Grunddomänen oft noch kleinere fleckenartige Bereiche zu sehen. Beim Magnetisieren erschien diese Struktur insgesamt magnetisch relativ hart, d. h. die Domänen richteten sich erst bei verhältnismäßig hohen Feldstärken (H > 2000 A/m) aus (Abb. 61). Da die Kristallisation zuerst an der Rückseite auftrat, war es an dieser Seite der Probe nicht mehr möglich, die Domänen zu beobachten.

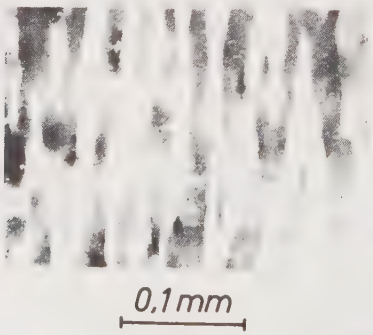


Abb. 61: An der Vorderseite beobachtete Domänen eines an der Rückseite kristallisierten Bandes (optimierter Zustand)

ii. Bei der im Querfeld getemperten Fe-Ni-Probe sind im entmagnetisierten Zustand breite Querdomänen zu beobachten (Abb. 62 a). Beim Magnetisieren spalten sich diese Bereiche auf und es bilden sich zusätzliche Querdomänen aus, so daß es zu einer Verfeinerung des Domänenmusters kommt (Abb. 62 b).

Die Erzeugung dieser zusätzlichen Domänen und die damit verbundene inhomogene Magnetisierung ist somit auch für den zusätzlichen Wirbelstromverlust verantwortlich.

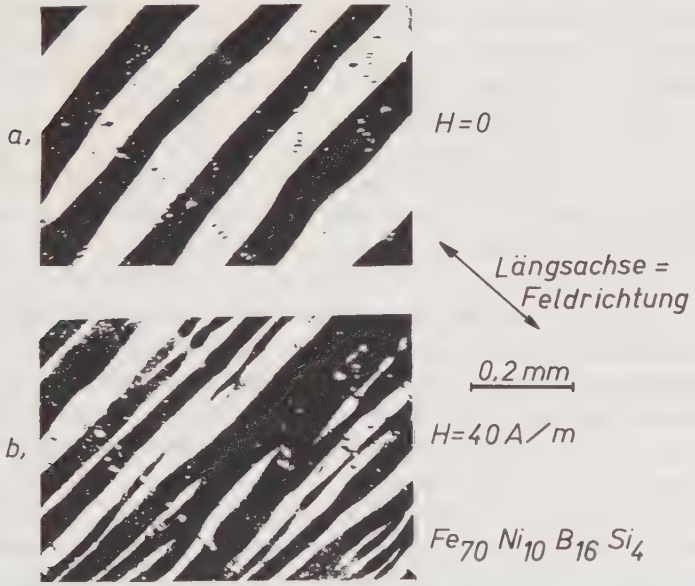


Abb. 62: Domänen eines im Querfeld getemperten Bandes
(a. H = 0; b. H = 40 A/m)

E. Vergleich mit Ergebnissen anderer Autoren

In vielen in der letzten Zeit (ab. 1981) veröffentlichten Arbeiten wurden die magnetischen Eigenschaften als Funktion verschiedener Herstellungsparameter oder Nachbehandlungsverfahren beschrieben. Die in diesem Kapitel zuammengestellten Berichte befassen sich hauptsächlich mit der Verbesserung der Ummagnetisierungsverluste. Untersucht wurden z. B. der Einfluß der Scheibentemperatur bei der Herstellung, die Rauhigkeit der Bänder sowie das Verhalten beim Zulegieren weiterer nichtmagnetischer Metalle (z. B. Chrom). Weiterhin befaßten sich viele Veröffentlichungen mit verschiedenen Wärmebehandlungen (in oder ohne ein Magnetfeld), dem Zerkratzen der Oberfläche oder dem punktuellen Aufschmelzen mit Hilfe eines Laserstrahls.

Die meisten dieser Berichte hatten das gleiche Ziel - über eine Verfeinerung der Domänenstruktur die Ummagnetisierungsverluste zu verringern.

Ein gutes Beispiel hierzu sind Arbeiten von Luborsky und Fujimori /57, 58/. Sie beschreiben an Fe-Si-B-Legierungen eine Magnetfeldglühung mit Feldrichtung in Bandebene, jedoch schräg zur Bandlängsachse. Fujimori konnte dabei zeigen, daß sich die Zahl der 180° Domänen von nur zwei Bereichen im entspannten Zustand auf sechs Domänen nach der optimalen Feldtemperung bei einem Winkel von 60° erhöhte (Breite der Probe = 1,7 mm). Eine signifikante Reduzierung der Verluste war allerdings erst bei Magnetisierungsfrequenzen größer als 500 Hz zu messen. Die Ergebnisse von Luborsky zeigten auch eine Erhöhung der Domänenzahl, er beobachtete jedoch eine stetige Verringerung der Verluste bis zu einem Winkel von 90°.

Für das gleiche Legierungssystem beschrieben Datta und Mitautoren /59/ eine je nach Anwendungsfrequenz verschiedene Temperung. Für Frequenzen kleiner 100 Hz verwendeten sie

eine Entspannungstemperung, die zu einer Rechteckschleife führte. Für höhere Frequenzen dagegen stellte sich eine Anlaßglühung bei einer höheren Temperatur als günstig heraus. Nach dieser Temperung beobachteten sie eine sogenannte "runde" Hystereseschleife. Als Ursache für die induzierte Anisotropie gaben sie eine beim Glühen entstandene kristalline Phase aus Eisen an. Ein Anteil von 1 - 5 % ergibt dabei, wie die Autoren berichteten, die niedrigsten Verluste.

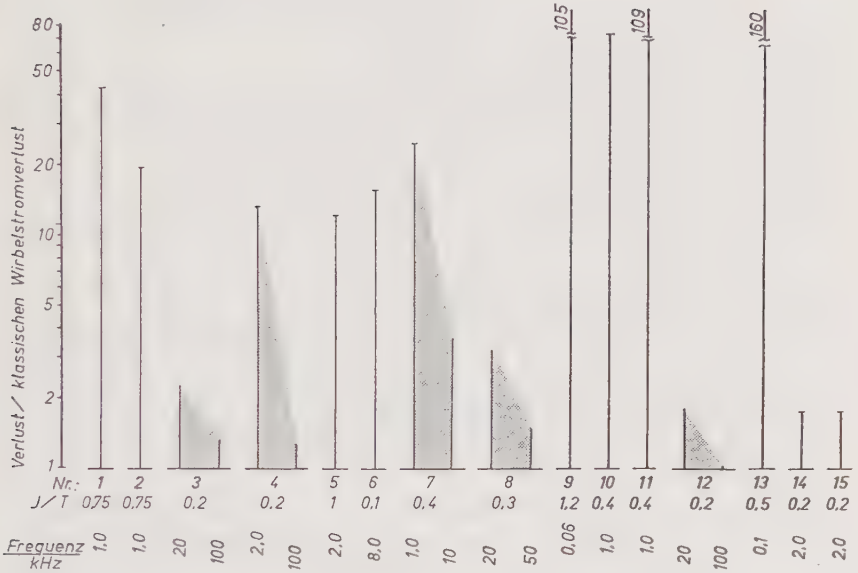
Die Substitution der Eisenatome durch Chrom- oder Manganatome wurde von Ogata /60/ als auch von Inomata und Hasegawa /61/ publiziert. Während Ogata und Mitarbeiter die Bänder im Temperaturbereich von 400 - 520° C temperten, untersuchte Inomata den Einfluß der Chromatome bei entspannten Proben. Er stellte dabei fest, daß die chromhaltigen Bänder eine höhere Anfangspermeabilität und niedrigere Verluste sowie eine kleinere Koerzitivfeldstärke aufwiesen. Die guten weichmagnetischen Eigenschaften erreichte er mit einer Temperung bei 400° C und 15 Minuten Dauer. Die von Ogata an höheren Temperaturen durchgeführten Wärmebehandlungen zeigten ein Verlustminimum bei 480° C. Er wies nach dieser Temperung durch Röntgenbeugung an den Proben eine beginnende Kristallisation nach, wobei er die Chrom- bzw. Manganatome als Kristallisationskeime vermutete.

Zwei völlig unterschiedliche Arbeiten befassen sich mit dem Einfluß von Oberflächenbehandlungen auf die Ummagnetisierungsverluste. Krause und Werner /53/ zerkratzten die glatte Oberfläche mit Schleifpapier (120 und 280 Körnung) sowohl parallel als auch senkrecht zur Längsrichtung des Bandes. An den Proben mit Querkratzern beobachteten sie eine Verfeinerung der Domänenstruktur und eine Verringerung der Verluste, während die Längskratzer keine Veränderung der Verluste bewirkten. Overshott dagegen untersuchte die Auswirkung polierter Oberflächen auf das Magnetisierungsverhalten und die Ummagnetisierungsverluste. Sowohl an den elektrolytisch

als auch an den mechanisch polierten Proben fand er eine Reduzierung der Verluste /62/. Er führte diese Beobachtung hauptsächlich auf eine homogene Domänenbewegung zurück, da durch das Polieren Haftzentren entfernt wurden. Während z. B. bei den Bändern im hergestellten Zustand die an der Oberfläche beobachtete Wandbewegung bei einem sinusförmigen Feld nur ruckartig verlief, beobachtete er nach dem Polieren eine gleichmäßige Verschiebung der Wände.

In der folgenden Grafik (Abb. 63) sind die Ergebnisse der verschiedenen Autoren unseren optimierten Werten gegenübergestellt. Zum besseren Vergleich normierten wir die jeweiligen Werte auf den klassischen Wirbelstromverlust. Da bei vielen Veröffentlichungen die genauen Daten der Proben nicht bekannt waren, wurde für die Berechnung des klassischen Wirbelstromverlustes eine Probendicke von 25 μm, eine Dichte von 7450 kg/m^3 und ein spezifischer Widerstand von 125 $\mu\Omega$cm angenommen.

Wie man aus der Grafik entnehmen kann, schneidet unsere Probe (13 + 14) in dem untersuchten Frequenzbereich (1-20 kHz) im Vergleich zu den anderen Proben, die unter ähnlichen Bedingungen gemessen wurden, am besten ab. Auffällig ist, daß ab Magnetisierungsfrequenzen größer 20 kHz der Vorteil unserer Temperung zunehmend kleiner wird; z. B. zeigen Ergebnisse von Hilzinger und Ogata an querfeldgetemperten- oder oberflächenkristallisierten Bändern bei einer Magnetisierungsfrequenz von 100 kHz einen Anomaliefaktor um Eins. Jedoch dürften die von uns getemperten Proben auch bei Magnetisierungsfrequenzen kleiner 1 kHz die guten Eigenschaften beibehalten.



1. Blundell und Overshott /67/
   breite und schmale Bänder, poliert und unpoliert, gemessen an einzelnen Streifen
2. Blundell und Overshott /68/
   Zugspannungsexperimente, gemessen an einzelnen Streifen
3. Ogata, Sawada, Miyazaki /60/
   Temperung bis 500° C (Oberflächenkristallisation), gemessen an Ringkernen
4. Datta /59/
   Temperung bis 450° C mit zusätzlichem Längsfeld (Oberflächenkristallisation), Ringkerne
5. Fujimori /58/
   Temperung im Schrägfeld (verschiedene Winkel) gemessen an einzelnen Streifen
6. Krause und Werner /53/

Zerkratzen der Oberfläche und Magnetfeldtemperung in Längsrichtung, Ringkerne

7. Krause und Werner /53/
Temperung im Querfeld, gemessen an Ringkernen

8. Inomata, Hasegawa und Shimanuki /61/
Zulegieren von Chrom, gemessen an Ringkernen

9. Luborsky /57/
Temperung im Magnetfeld (verschiedene Winkel), gemessen an geraden Proben

10. Rabias und Overshott /62/
Elektrolytisches Polieren der Oberfläche, gemessen an geraden Proben

11. Rabias und Overshott /69/
Einfluß von Rauhigkeit und Temperatur, gemessen an geraden Proben

12. Hilzinger und Kunz /63/
Temperung im Querfeld an magnetostriktionsfreien Proben, gemessen an Ringkernen

13. Nathasingh /64/
Einfluß von Deckschichten auf den Verlust, gemessen an Ringkernen

14.+15. eigene Messungen /47/
Magnetfeldtemperung im senkrechten Magnetfeld optimierte Fe-Ni- und Fe-Co-Proben, gemessen an geraden Streifen

Abb. 63: Zusammenfassung der in verschiedenen Veröffentlichungen gezeigten Ummagnetisierungsverluste, bezogen auf den klassischen Wirbelstromverlust

XI. Zusammenfassung und Ausblick

Das Hauptziel unserer Untersuchungen war es, über eine Homogenisierung des Magnetisierungsprozesses die Ummagnetisierungsverluste der metallischen Gläser zu reduzieren.

Bei den sehr dünnen metallischen Gläsern ($d < 40\,\mu m$) erscheint jedoch der übliche Weg, über eine Verringerung der Domänenweite die anomalen Verluste zu unterdrücken, nur schwer durchführbar, da man eine Domänenweite erreichen müßte, die kleiner ist, als die Banddicke. Wir versuchten deshalb über eine Magnetisierung durch Rotation das gesteckte Ziel zu erreichen. Bei dieser Form der Magnetisierung dürften dann an sich keine anomalen Verluste mehr auftreten.

Die hierzu nötige Anisotropie senkrecht zur Magnetisierungsrichtung (= Längsrichtung der Bänder) induzierten wir durch eine Magnetfeldtemperung mit Feldrichtung senkrecht zur Probenebene.

Neben der Durchführung und der Analyse dieser Temperung befaßten wir uns noch schwerpunktmäßig mit der Herstellung der metallischen Gläser und der Spannungsrelaxationsglühung, um auch den Einfluß der Vorgeschichte zu erfassen. Zur besseren Einordnung der gewonnenen Ergebnisse temperten wir zusätzlich Proben nach zwei weiteren, aus der Literatur bekannten Verfahren, die auch zu einer Verringerung der Ummagnetisierungsverluste führen (Oberflächenkristallisation und Temperung im Querfeld).

Im Folgenden sollen die Ergebnisse der wichtigsten Versuche zusammengefaßt werden:

A. Herstellung

Neben dem bereits erwähnten Punkt war es noch aus zwei weiteren Gründen wichtig, die Herstellung der metallischen Gläser zu erproben.

i. Unabhängigkeit von kommerziell erhältlichen Legierungen und Probengeometrien.

ii. Zum Erhalt einer unbeschädigten und sauberen Oberfläche, wie sie zur direkten Beobachtung der Domänen mit dem Kerrmikroskop notwendig ist.

Wir bauten deshalb zuerst im Labormaßstab eine Apparatur zur Herstellung der metallischen Gläser auf. Das zugrunde liegende Prinzip war das des Ein-Walzen-Schmelzspinnverfahrens. Eine Besonderheit unserer Anlage stellt eine Haube dar, die bei Bedarf um die Düse und um ein Viertelsegment der Scheibe angebracht werden kann, und es somit erlaubt, die metallischen Gläser auch an Schutzgas abzuschrecken.

Beim Vergleich von Proben, die an verschiedenen Gasen hergestellt worden waren, stellten wir besonders bei an Helium gefertigten Proben einen großen Einfluß der Atmosphäre fest. Diese Bänder zeichneten sich durch sehr gleichmäßige, scharfe Kanten und eine glatte Oberfläche aus. Gleichzeitig erzielt man auch eine größere Abkühlungsgeschwindigkeit, was u. a. an der Häufigkeit meist sehr feiner Spannungsmuster sichtbar wird.

Bei den ersten Versuchen, die alle auf einer polierten, reinen Kupferscheibe durchgeführt wurden, stellte man nach längerem Betrieb eine zunehmende Rauhigkeit der Scheibenoberfläche fest, die sich auch auf die Bänder abdrückte. Leider schlugen Versuche fehl, durch Vernickeln oder Verchromen die Standzeit der Scheibenoberfläche zu verlängern, da durch die unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten und

den Wärmeschock diese Schichten Risse bekamen. Bänder, die jedoch auf neu verchromten Walzen abgeschreckt wurden, zeigten an den Kontaktstellen zur Scheibe eine sehr glatte Oberfläche, so daß die Domänen auch auf dieser Seite gut zu beobachten waren. Im Normalfall wurden die Bänder jedoch auf einer nur geschliffenen Oberfläche hergestellt, da sie sowohl die längste Standzeit aufwies als auch am einfachsten zu präparieren war.

B. Spannungsrelaxation

Um den Ausgleich der inneren Spannungen, die bei der Herstellung eingefroren wurden, und die Relaxation äußerer Spannungen zu verfolgen, temperten wir Proben sowohl als gerade Streifen als auch zu Ringen gewickelt bei verschiedenen Temperaturen und Temperzeiten. Den Relaxationsgrad ermittelten wir im ersten Fall aus dem Abbau der ungünstigen, spannungsinduzierten Anisotropien. Im zweiten Fall verwendeten wir hierzu die nach der Temperung verbleibende Krümmung. Beide Experimente ergaben, daß eine einstündige Temperung bei 380° C ausreicht, um sowohl die inneren als auch die äußeren Spannungen abzubauen. Nach der Entspannungstemperung mißt man eine rechteckige "quasistatische" Hysteresesschleife; die entsprechenden Domänenbilder zeigen nur wenige, breite 180° Domänen mit einer parallel zur Bandlängsachse verlaufenden Magnetisierungsrichtung.

C. Optimierung der Verluste - Untersuchung der Feldtemperung

Nach Luborsky /43/ läßt sich bei den metallischen Gläsern mit einer Magnetfeldtemperung nur dann eine nennenswerte Anisotropieenergie einbauen, wenn man Legierungen verwendet, die mehr als nur eine Metallatomsorte enthalten.

Wir verwendeten deshalb bei unseren Versuchen Legierungen, die entweder Eisen und Nickel oder Eisen und Kobalt als Übergangsmetalle enthielten. Die folgende Formel beschreibt dabei die ungefähre Zusammensetzung der verwendeten Probenlegierungen:

$$(Fe_{100-x}T_x)_{80}(B, Si)_{20};\ T = Ni \text{ bzw. } Co$$

Um das Minimum der Ummagnetisierungsverluste zu finden, variierten wir neben der Tempertemperatur auch die Legierungszusammensetzung der Proben. Bei den nickelhaltigen metallischen Gläsern veränderten wir hierzu den Nickelanteil im Bereich von 2 - 50 %, bei den kobalthaltigen Gläsern untersuchten wir die Spanne zwischen 2 und 96 % Kobalt. Die hergestellten Bänder wurden vor der Magnetfeldtemperung in Streifen von ca. 0,3 m Länge zerschnitten, die dann geradehängend entspannungsgeglüht wurden.

An den so vorbehandelten Proben führten wir die Temperung im senkrechten Magnetfeld durch. Die angelegte Feldstärke betrug 700 kA/m; die verwendeten Temperaturen lagen für jede Probenlegierung im Bereich von 300-430° C bei einer Temperdauer von 15 Minuten.

Die anschließende Messung der Ummagnetisierungsverluste erfolgte an einzelnen Streifen bei einer Frequenz von 2 kHz, einer maximalen Induktion von 0,2 T und einer sinusförmigen Flußänderung.

Bei der Zusammenstellung der gemessenen Verluste ergeben sich drei wichtige Aussagen:

i. Es existiert bei beiden untersuchten Legierungssystemen eine optimale Kombination aus Legierungszusammensetzung und Tempertemperatur; die dabei erreichten Verluste betragen 0,033 ± 0,006 W/kg. Während bei den nickelhaltigen Legierungen das Optimum bei einem Nickelanteil von 12 % und einer

Tempertemperatur von 380 ± 5° C erreicht wird, benötigt man allerdings bei den kobalthaltigen Proben 33 % Kobalt und eine Temperatur von 420° C. Vergleicht man diesen Wert mit dem klassischen Wirbelstromverlust, stellt man fest, daß die Verluste der optimierten Proben um den Faktor 1,7 höher liegen als die errechneten Werte. Berücksichtigt man jedoch die Hystereseverluste, indem man sie von den gemessenen Werten subtrahiert, so erkennt man, daß der Anomaliefaktor der optimierten Proben zu 1 geworden ist. Die erzielten Ummagnetisierungsverluste stellen damit, in der Gegenüberstellung mit Literaturwerten, ein Rekordergebnis dar.

ii. Die kobaltreichen Legierungen mit einer niedrigen Magnetostriktionskonstanten zeigen überraschend hohe Verluste (0,9 W/kg).

iii. Proben mit einem niedrigen Nickel- bzw. Kobaltgehalt zeigen eine größere Anfangspermeabilität ($\mu_a \approx 20000$), allerdings mißt man bei diesen Proben auch höhere Ummagnetisierungsverluste.

Um die Ursachen für die gemessenen Verluste zu ermitteln, und die Wirkung der einzelnen Temperschritte zu studieren, charakterisierten wir die Proben nach dem Verlauf des Magnetisierungsprozesses und durch die Beobachtung der Domänen bzw. der Domänenbewegung während des Magnetisierens.

Eine wichtige Größe stellt hierfür die bei der Temperung induzierte Anisotropieenergie dar. Wir unterschieden dabei zwischen einer homogenen Anisotropieenergie, die aus der Anfangssteigung der statischen Hystereseschleife ermittelt werden kann, und einer inhomogenen Anisotropieenergie, die der Fläche über dem Einmündungsbereich der Magnetisierungskurve entspricht. An beiden Legierungsreihen erkennt man, daß die niedrigsten Verluste bei einer homogenen Anisotropieenergie von ca. 150 J/m^3 erreicht werden. Die homogene Anisotropieenergie ist hier ca. sechsmal größer, als die inhomogene Restanisotropie. Anders sieht es bei den Proben mit einer hohen Permeabilität aus. Hier weist schon die "S"-

förmige Hystereseschleife auf eine inhomogene Anisotropieverteilung hin. Das Auswerten der Schleife ergibt, daß mit ca. 25 J/m^3 die inhomogene Anisotropieenergie in etwa gleich der homogenen Anisotropieenergie ist. Diese Beobachtung erklärt auch die erhöhten Verluste dieser Proben.

Beim Betrachten der Hystereseschleifen der kobaltreichen Legierungen, die mit zunehmendem Kobaltanteil eine Verringerung der Magnetostriktionskonstanten aufweisen, sieht man, daß ab einer Magnetostriktionskonstanten von ca. $12 \cdot 10^{-6}$ die Schleife nicht mehr stetig durch das Zentrum verläuft, sondern sich eine steile, innere Schleife ausgebildet hat. Eine Erklärung für dieses Verhalten ergibt sich aus dem Vergleich der Hystereseschleifen mit den korrespondierenden Domänenmustern. Dabei stellt man fest, daß die Öffnung der Schleife mit einer Umorientierung der Streifendomänen von einer Anordnung senkrecht zur Bandlängsrichtung - bei Magnetostriktionskonstanten $> 15 \cdot 10^{-6}$ - in eine Ausrichtung parallel der Bandlängsachse übergeht ($\lambda_s < 15 \cdot 10^{-6}$). Diese Effekte, die schon bei anderen einachsigen Materialien untersucht wurden, lassen sich aus der Wechselwirkung der magnetostriktiven Eigenenergie - die eine Domänenanordnung quer zum Band begünstigt - und der Wandenergie - die eine Ausrichtung der Domänen (besser Wände) in Richtung des effektiv wirkenden Feldes anstrebt - erklären.

Offensichtlich sind die erhöhten Verluste dieser Legierungen mit der Längsausrichtung der Domänen verbunden. Die Ursache für dieses Verhalten konnte durch eine detaillierte Domänenuntersuchung geklärt werden: Hierzu orientierten wir die Proben zuerst so im Mikroskop, daß die Abschlußdomänen den maximalen Kontrast zeigten; wenn man nun die Probe um 90° dreht, sieht man, daß die Magnetisierung der Domänen eine Komponente enthält, die in Bandlängsrichtung orientiert ist. Wie die Versuche weiterhin zeigten, läßt sich diese Längskomponente schon mit kleinen Feldern umklappen. Dieser Umschaltprozess ist somit für die innere Schleife und damit

auch für die Verluste verantwortlich. Magnetisiert man die Probe mit Feldern kleiner als dieser kritischen Feldstärke, so lassen sich auch bei diesen Legierungen sehr niedrige Ummagnetisierungsverluste erzielen.

D. Überlegungen zur technischen Anwendung der untersuchten Magnetfeldtemperung

Mit Hilfe der untersuchten Magnetfeldtemperung mit Feldrichtung senkrecht zur Bandoberfläche konnten wir einen Zustand minimaler Verluste sowohl bei den Eisen-Nickel- (12 % Ni) als auch bei den Eisen-Kobalt-Legierungen (33 % Co) erreichen. Die Permeabilität der optimierten Proben wird jedoch bedingt durch die benötigte, relativ hohe Anisotropieenergie (150 J/m^3) auf Werte um 6000 begrenzt. Verwendet man Legierungen mit einem geringeren Nickel- bzw. Kobaltgehalt, so lassen sich zwar wesentlich höhere Permeabilitätswerte erzielen (bis 20000), für einen Zustand minimaler Verluste ist die induzierte senkrechte Anisotropie aber noch zu inhomogen verteilt. Eventuell ist es jedoch durch eine modifizierte Prozessführung bei der Herstellung (glatte Rückseiten) und bei den Temperungen möglich, metallische Gläser zu erzielen, die eine hohe Permeabilität und sehr niedrige Verluste aufweisen.

Die Domänenstruktur der untersuchten metallischen Gläser besteht aus einer streufeldfreien Streifendomänenanordnung. Die an der Oberfläche magnetooptisch beobachtbaren Streifendomänen stellen dabei die Abschlußbereiche dieser Struktur dar. Für die Ausrichtung der Streifen fanden wir eine Abhängigkeit von der Magnetostriktionskonstanten - während bei den Legierungen mit $\lambda_s > 15 \cdot 10^{-6}$ immer eine Anordnung der Streifen quer zum Band gefunden wurden - liegen sie bei den kobaltreichen Legierungen mit einer kleinen bzw. verschwindenden Magnetostriktion ($\lambda_s < 12 \cdot 10^{-6}$) immer in Bandlängsrichtung.

Bei der Anwendung der im senkreckten Magnetfeld getemperten Bänder stellt das magnetostriktive Schwirren, das mit dem Rotationsmagnetisieren verbunden ist, ein großes Problem dar, da zum einen die Geräuschentwicklung, vor allem bei hohen Frequenzen (1 - 10 kHz) sehr störend ist und zum anderen das Brummen auch zu einer Erhöhung der Verluste führt. Ein Ausweichen auf magnetostriktionsfreie Legierungen ist aber nicht möglich, da es bei diesen Werkstoffen nicht möglich ist, einen ähnlich verlustarmen Zustand zu erreichen. Die zu diesem Thema durchgeführten Experimente ergaben, daß eine Anordnung der Streifendomänen in Querrichtung und damit eine gewisse magnetostriktive Wechselwirkung für den Zustand minimaler Verluste notwendig sind, da es bei einer parallelen Domänenausrichrung (wie sie die magnetostriktionsarmen Proben zeigen) zu "Umklappprozessen" in den Abschlußbereichen kommt, die die Verluste rapid erhöhen.

Es ist deshalb bei der Herstellung der Magnetkerne darauf zu achten, daß durch konstruktive Maßnahmen das magnetostriktive Brummen unschädlich gemacht wird.

Neben dem Schwirren existieren noch zwei weitere Nachteile, die den Einsatz der senkrechten Feldtemperung erschweren:

i. Es ist mit diesem Verfahren unmöglich, Ringkerne zu tempern, da die Kerne dabei radial magnetisiert werden müßten.
ii. Die Handhabung der Temperung scheint für einen großtechnischen Einsatz als zu aufwendig und zu langsam

Um den in Punkt "ii" erwähnten Nachteil zu umgehen, d. h. einen größeren Durchsatz bei der Fertigung zu erzielen, erscheint es möglich, nicht nur einzelne Streifen zu tempern, sondern die Magnetfeldglühung an zu Paketen geschichteten Streifen (an fertigen Jochen) durchzuführen.

Neben dem Einsatz in Transformatoren, Tonköpfen, Drosseln

oder anderen induktiven Bauelementen, erscheint für die im senkrechten Feld getemperten metallischen Gläser ein neues Anwendungsgebiet denkbar, das die magnetostriktive Längenänderung gezielt ausnützt; ich denke dabei an den Einsatz in Mikromanipulatoren mit magnetostriktivem Antrieb oder an Kraft- bzw. Durckaufnehmer /65, 66/.

Mein besonderer Dank gilt:

Herrn Prof. Hubert für die Übertragung des Themas, für zahlreiche Anregungen, Diskussionen und seine Unterstützung in der Fertigstellungsphase der Arbeit,

Herrn Olbricht für die mechanischen Arbeiten und viele Tips,

Herrn Händel für die Herstellung der Glasdüsen,

Herrn Habel für Metallografie und Fotoarbeiten,

Herrn Schäfer für zusätzliche Verlustmessungen an der magnetostriktionsfreien Legierung,

Frau Löffler,
Herrn Rave,
Herrn Pfannenmüller
und Herrn Schmidt für die freundschaftliche Zusammenarbeit,

Herrn Dr. Hilzinger (Vacuumschmelze Hanaus), für die Bereitstellung der Vorlegierungen

sowie allen, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Auch Herrn Prof. Weiß, der bei Beginn meiner Arbeit Lehrstuhlinhaber war, möchte ich nicht vergessen.

XII. Literaturverzeichnis

/1/ H. S. Chen, H. J. Leamy und C. E. Miller
"Preparation of Glassy Metals"
Amn. Rev. Mater. Sci. 10, 363 - 391 (1980)

/2/ H. Pry und P. Bean
"Calculation of the Energy Loss in Magnetic Sheet Material Using a Domain Model"
J. Appl. Phys. 29, 532 - 533 (1958)

/3/ F. E. Luborsky und J. L. Walter
"Magnetic Anneal Anisotropy in Amorphous Alloys"
IEEE Trans. Magn. MAG-13, No. 2, 953 - 956 (1977)

/4/ H. H. Liebermann, C. D. Graham Jr. und P. J. Flanders
"Changes in Curie Temperature, Physical Dimensions and Magnetic Anisotropy During Annealing of Amorphous Magnetic Alloys"
IEEE Trans. Magn. MAG-13, 1541 (1977)

/5/ N. Seagusa und A. H. Morrish
"Crystallisation and Anisotropy in Amorphous $Fe_{81}B_{13.5}Si_{3.5}C_2$"
J. Magn. Magn. Mat. 31 - 34, 1555 - 1559 (1983)

/6/ H.-G. Wagner, M. Ackermann und U. Gonser
"Crystallisation of Amorphous Metal - Metalloid Alloys"
J. Non. Cryst. Sol. 61 u. 62, 847 - 853 (1984)

/7/ H. A. Davies
"The Formation of Metallic Glasses"
Phys. Chem. Glasses Vol. 17, No. 5, 159 - 173 (1976)

/8/ M. Hansen
"Constitution of Binary Alloys"
Mc Graw-Hill Book Company Inc., 250 (1958)

/9/ S. Mader und A. S. Nowick
"Metastable Co-Au Alloys; Example of an Amorphous Ferromagnet"
Appl. Phys. Letters 7, 57 - 62 (1965)

/10/ P. Duwez
"Structure and Properties of Alloys Rapidly Quenched from the Liquid State"
Trans. of the ASM 60, 607 - 633 (1967)

/11/ P. Duwez und S. C. H. Lin
"Amorphous Ferromagnetic Phase in Iron-Carbon-Phosphorus Alloys"
J. Appl. Phys. 38, 4096 - 4 (1967)

/12/ R. Pond und R. Maddin
"A Method of Producing Rapidly Solidified Filamentary Castings"
Trans. of the Metallurgical Society of AIME 245, 2475 - 2476 (1969)

/13/ H. S. Chen und C. E. Miller
"A Rapid Quenching Technique for the Preparation of Thin Uniform Films of Amorphous Solids"
Rev. Sci. Instr. 41, 1237 - 1238 (1970)

/14/ E. S. Strange und C. A. Pim
"Process of Manufacturing Thin Sheets, Foil, Strips or Ribbons of Zinc, Lead or Other Metal or Alloy"
US Pat. 905758, zugeteilt am 1. Dez. 1908

/15/ J. R. Bedell
Allied Chemical, US Pat. 3862658,
zugeteilt am 28. Jan. 1975

/16/ H.-G. Hillenbrand und E. Hornbogen
"Metallische Gläser - Werkstoffe der Zukunft ?"
Z. Werkstofftechnik 13, 407 - 415 (1982)

/17/ H. J. Günterodt
"Metallic Glasses"
Advances in Solid State Physics XVII
(Vieweg 1977)

/18/ P. Haasen
"Metallische Gläser"
Physikalische Blätter 34, 573 - 584 (1978)

/19/ T. Masumoto
"Amorphous Ferromagnetic Alloys (2)"
Technocrat 15, 20 - 31 (1982)

/20/ R. Hilzinger
"Amorphe Magnetwerkstoffe"
NTG-Fachberichte 76, 283 - 306 (1980)

/21/ A. Hubert
"Amorphous Ferromagnetic Materials Quenched
from the Melt"
J. Magn. Magn. Mat. 6, 38 - 46 (1977)

/22/ F. E. Luborsky und R. O. Mc Cary
"Magnetic Annealing of Amorphous Alloy Toroids"
Conf. on Rapidly Quenched Metals 2 (1975)

/23/ F. E. Luborsky und J. L. Walter
"Magnetic Anneal Anisotropy in Amorphous Alloy"
IEEE Trans. Magn. MAG-13, 953 - 956 (1977)

/24/ H. S. Chen
"Metallic Glasses"
Mat. Sci. Eng. 25, 59 (1976)

/25/ R. S. Williams und T. Egami
"Effects of Deformation and Annealing on Magnetic Amorphous Alloys"
IEEE Trans. Magn. MAG-12, 927 - 929 (1976)

/26/ H. Kronmüller und B. Gröger
"Domains, Domain Walls and the Coercitive Field of Amorphous Ferromagnets"
J. Physique 42, 1285 - 1292 (1981)

/27/ J. W. Shilling und G. L. Houze Jr.
"Magnetic Properties and Domain Strukture in Grain-Oriented 3 % Si-Fe"
IEEE Trans. Magn. MAG-10, 195 - 222 (1974)

/28/ K. J. Overshott
"Power Losses in Amorphous Ribbon Materials"
Proc. 4th Int. Conf. on Rapidly Quenched Metals, 935 - 939 (1981)

/29/ F. E. Luborsky
"Kinetics of Reorientation of Magnetically Induced Anisotropy in Amorphous $Ni_{40}Fe_{40}P_{14}B_6$"
AIP Conf. Proc. 29, 209 - 210 (1976)

/30/ J. D. Livingston, W. G. Morris und F. E. Luborsky
"Domain Studies on Amorphous Ribbons with Transverse or Oblique Magnetic Anisotropy"
J. Appl. Phys. 53 (11), 7837 - 7839 (1982)

/31/ A. Hubert
"Stray-Field-Free Magnetisation Configurations"
Phys. Stat. Sol. 32, 519 - 525 (1969)

/32/ P. Salzmann, W. Grimm und A. Hubert
"Anisotropies and Domain Struktures in Metallic Glasses"
J. Magn. Magn. Mat. 31 - 34, 1599 - 1600 (1983)

/33/ W. Grimm, B. Metzner und A. Hubert
"Optimized Domain Patterns in Metallic Glasses Prepared by Magnetic Field Heat Treatment and for Surface Crystallisation"
J. Magn. Magn. Mat. 41, 171 - 174 (1984)

/34/ R. Schäfer
"Untersuchungen zur Oberflächenkristallisation an Metallischen Gläsern"
Diplomarbeit am Institut für Werkstoffwissenschaften 6 der Universität Erlangen (1985)

/35/ H. H. Liebermann und C. D. Graham Jr.
"Production of Amorphous Alloy Ribbons and Effects of Apparatus Parameter on Ribbon Dimensions"
IEEE Trans. Magn. MAG-12, No. 6, 921 - 923 (1976)

/36/ H. H. Liebermann
"Manufacture of Amorphous Alloy Ribbons"
IEEE Trans. Magn. MAG-15, No. 6, 1393 - 1397 (1976)

/37/ S. C. Huang und H. C. Fiedler
"Amorphous Ribbon Formation and the Effect of Casting Velocity"
Mat. Sci. Eng. 51, 39 - 46 (1981)

/38/ S. C. Huang und H. C. Fiedler
"Effects of Wheel Surface Conditions on the Casting of Amorphous Metal Ribbons"
Metallurgical Transactions A, 12 A, 1107 - 1111 (1981)

/39/ J. Kranz und A. Hubert
"Die Möglichkeiten der Kerr-Technik zur Beobachtung magnetischer Bereiche"
Zeitschrift für angewandte Physik, XV. Band, Heft 3, 220 - 232 (1962)

/40/ F. Schmidt, W. Rave und A. Hubert
"Enhancement of Magneto - Optical Domain Observation by Digital Image Processing"
IEEE Trans. Magn. MAG-21, 1596 -1598 (1985)

/41/ R. Kolb
"Messungen magnetischer Eigenschaften an metallischen Gläsern"
Studienarbeit am Institut für Werkstoffwissenschaften 6 der Universität Erlangen (1979)

/42/ H. Hillmann und R. H. Hilzinger
"On the Formation of Amorphous Ribbons by Melt Spin Technique"
Proc. 3rd. Intern. Conf. on Rapidly Quenched Metals Vol. 1, 22 - 29 (Brighton 1978)

/43/ P. Salzmann und A. Hubert
"Local Measurement of Magnetic Anisotropy in Metallic Glasses"
J. Magn. Magn. Mat. 24, 168 - 174 (1981)

/44/ H. H. Liebermann
"Gas Boundary Layer Effects in Processing Glassy Alloy Ribbons"
Proc. 3rd. Intern. Conf. on Rapidly Quenched Metals Vol. 1 (Brighton 1978)

/45/ F. E. Luborsky und J. L. Walter
"Stress Relaxion in Amorphous Alloys"
Mat. Sci. and Eng. 35, 255 - 261 (1978)

/46/ T. Sato
"Effect of Laser Irradiation on the 50 Hz Core Loss on the Thick Amorphous Alloy Ribbon"
Proc. 5th Int. Conf. on Rapidly Quenched Metals (Würzburg 1984)

/47/ W. Grimm und A. Hubert
"Minimiziation of Eddy Current Losses in Metallic Glasses Magnetic Field Heat Treatment"
Soft Magn. Mat. 7 (Blackpool 1985)
wird veröffentlicht

/48/ H. J. de Wit und M. Brouha
"Domain Patterns and High Frequency Magnetic Properties of Amorphous Metal Ribbons"
J. Appl. Phys. 57, 3560 - 3570 (1985)

/49/ H. J. de Wit und K. Jager
"Domain Patterns and Magnetic Properties of Amorphous Magnetic Ribbons with Perpendicular Anisotropy"
Soft Magn. Mat. 7 (Blackpool 1985)
wird veröffentlicht

/50/ A. Hubert
"Der Einfluß der Magnetostriktion auf die magnetische Bereichsstruktur einachsiger Kristalle, insbesondere des Kobalts"
phys. stat. sol. 22, 709 - 727 (1967)

/51/ P. Salzmann und A. Hubert
"Local Measurement of Magnetic Anisotropy in Metallic Glasses"
J. Magn. Magn. Mat. 24, 168 - 174 (1981)

/52/ P. J. Grundy, G. A. Jones, R. V. Major und K. Cruikshank
"The Microstructure and Magnetic Properties of an Amorphous FeBSi Alloy Heat Treated of High Temperatures"
Proc. 5th Conf. on Rapidly Quenched Metals (1984)

/53/ R. F. Krause und F. E. Werner
"High Frequency Magnetic Properties of Some Alloys"
IEEE Trans. Magn. MAG-17, 2686 - 2691 (1981)

/54/ H. C. Fiedler
"Surface Crystallisation - a Limitation on the Magnetic Properties of Amorphous Metal Ribbons"
IEEE Trans. Magn. MAG-18, 1389 - 1394 (1982)

/55/ H.-G. Wagner, M. Ackermann, R. Gaa und U. Gonser
"Surface Crystallisation"
Proc. 5th Int. Conf. on Rapidly Quenched Metals (1984)

/56/ L. A. Davis, N. De Cristafaro und C. H. Smith
"Technology of Metallic Glasses"
Proc. of the Conf. on Metallic Glasses: Science and Technology, Budapest, Hungary 1980

/57/ F. E. Luborsky und J. D. Livingston
"Effect of Field Annealing Angle on the Magnetic Properties of an Amorphous FeBSiC Alloy"
IEEE Trans. Magn. MAG-18, No. 3, 908 - 910 (1982)

/58/ H. Fujimori, H. Yoshimoto und H. Morita
"Anomalous Eddy Current Loss in Amorphous Magnetic Thin Sheets and its Improvement"
IEEE Trans. Magn. MAG-16, No. 5, 1227 - 1229 (1980)

/59/ A. Datta, N. J. De Cristofaro und L. A. Davis
"Iron-Based Amorphous Alloys for High Frequency Applications"
Proc. 4th Int. Conf. on Rapidly Quenched Metals (Sendai 1981)

/60/ Y. Ogata, Y. Sawada und T. Miyazaki
"Amorphous Materials Having Low Loss at High Frequency"
Proc. 4th Int. Conf. on Rapidly Quenched Metals, 953 - 956 (Sendai 1981)

/61/ K. Inomata, M. Hasegawa, S. Shimanuki
"Magnetic Properties of Amorphous FeCrSiB Alloys"
IEEE Trans. Magn. MAG-17, No. 6, 3076 - 3078 (1981)

/62/ J. Rabias und K. J. Overshott
"Preparation, Power Loss and Domain Structure of Electropolished Amorphous Ribbons"
J. Magn. Magn. Mat. 41, 165 - 167 (1984)

/63/ H. R. Hilzinger und W. Kunz
"Amorphous Co-Based Alloy with Low Losses at High Frequencies"
IEEE Trans. Magn. MAG-20, No. 5, 1332 - 1334 (1984)

/64/ D. M. Nathasingh, C. H. Smith und A. Datta
"Effects of Coating on the Soft Magnetic Properties of an Iron-Based Amorphous Alloy"
IEEE Trans. Magn. MAG-20, No. 5, 1332 - 1334 (1984)

/65/ K.-H. Kotter
"Neue Videoköpfe für neue Videobänder - Amorphe Zukunft - Die Wende in der Fertigung von Videoköpfen"
Funkschau 4, 42 - 44 (1985)

/66/ F. E. Luborsky
"Real and Potential Applications of Amorphous Metal Ribbons"
Proc. NATO Conf. "Glass - Current Issues" (1985)

/67/ M. G. Blundell und K. J. Overshott
"A Comparison of the Power Loss and Domain Structure of Wide and Narrow Amorphous Ribbons"
IEEE Trans. Magn. MAG-16, No. 5, 1224 - 1226 (1980)

/68/ K. J. Overshott und M. G. Blundell
"The Variation of Power Loss and Domain Wall Spacing with Applied Stress in Wide Amorphous Ribbon Material"
IEEE Trans. Magn. MAG-16, No. 5, 1221 - 1223 (1980)

/69/ J. Rabias und K. J. Overshott
"The Effect of Annealing and Surface Roughness on the Power Loss of Amorphous Ribbons"
J. Magn. Magn. Mat. 41, 168 - 170 (1984)

Lebenslauf

9. 3. 1951	Geboren in Nürnberg als Sohn des Kaufmanns Karl Grimm und seiner Ehefrau Elisabeth, geb. Böhringer
1957	Eintritt in die Volksschule in Roth
1964	Übertritt in die Realschule in Hilpoltstein
1968	Mittlere Reife, Beginn eines Praktikums bei der Fa. Siemens (Nürnberg)
1970	Studium der allg. Elektrotechnik am Ohm-Polytechnikum in Nürnberg (FH)
1973	Abschluß mit Ing. grad.
1974	Studium der Werkstoffwissenschaften am Institut für Werkstoffe der Elektrotechnik
1979	Diplom
1980	Wissenschaftlicher Mitarbeiter bei Prof. Dr. A. Hubert am gleichen Institut
1985	Eintritt in die Fa. Siemens in Regensburg

MIKROFILMSERVICE SELESCH DRUCK & VERLAG
Fliederweg 6 8521 Langensendelbach Telefon:09133/3338